

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ

KATEDRA MATERIÁLU

**VLASTNOSTI SLITINY Fe-28Al-4Cr
Z HLEDISKA POUŽITÍ PŘI VYSOKÝCH
TEPLOTÁCH**

Ing. Irena Šedivá

FAKULTA STROJNÍ

OBOR 23-07-08

STROJÍRENSKÁ TECHNOLOGIE

ZAMĚŘENÍ : MATERIÁLOVÉ INŽENÝRSTVÍ

VLASTNOSTI SLITINY Fe-28Al-4Cr Z HLEDISKA POUŽITÍ PŘI VYSOKÝCH TEPLOTÁCH

ŠKOLITEL : Prof. RNDr. Petr Kratochvíl, DrSc.

Rozsah práce

Počet stran: 89

Počet obrázků: 68

Počet tabulek: 14

Počet příloh: 0

UNIVERZITNÍ KNIHOVNA
TECHNICKÉ UNIVERZITY V LIBERCI



3146073548

U 384 S

KMT/HI

Prohlášení

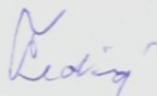
Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou (*bakalářskou, doktorskou*) práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo) a § 35 (o nevýdělečném užití díla k vnitřní potřebě školy).

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé práce a prohlašuji, že **souhlasím** s případným užitím mé práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědom toho, že užít své diplomové (*bakalářské, doktorské*) práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

Datum 30.3.2004

Podpis



VLASTNOSTI SLITINY Fe₂₈Al₄Cr Z HLEDISKA POUŽITÍ ZA VYSOKÝCH TEPLOT

PROPERTIES OF ALLOY Fe₂₈Al₄Cr FOR APPLICATION AT HIGH TEMPERATURE

KLÍČOVÁ SLOVA

KEYWORDS

Activation energy

aktivační energie

Alloying

legování

Creep

tečení

Ductility

tažnost

High temperature deformation

vysokoteplotní deformace

Iron aluminide

aluminid železa

Mechanical properties

mechanické vlastnosti

Mikrostructure evolution

změna mikrostruktury

Strain rate

rychlost deformace

Strength

pevnost

Stress exponent

napětový exponent

Yield stress

mez kluzu

ABSTRAKT

Úspěšnost práce je zaměřena na dohledy vybraných vysokoteplotních mechanických vlastností intermetalických sloučenin $\text{Fe}_{22}\text{Al}_{10}\text{Cr}$ s výhledem do budoucna. Tato práce se zabývá mechanickými vlastnostmi sloučenin $\text{Fe}_{22}\text{Al}_{10}\text{Cr}$ v širokém teplotním rozsahu od 20°C do 900°C a v rozsahu deformací rychlostí až do 10⁻² s⁻¹. V práci jsou popsány výsledky experimentů s materiálem $\text{Fe}_{22}\text{Al}_{10}\text{Cr}$ v širokém teplotním rozsahu od 20°C do 900°C a v rozsahu deformací rychlostí až do 10⁻² s⁻¹. V práci jsou popsány výsledky experimentů s materiálem $\text{Fe}_{22}\text{Al}_{10}\text{Cr}$ v širokém teplotním rozsahu od 20°C do 900°C a v rozsahu deformací rychlostí až do 10⁻² s⁻¹. V práci jsou popsány výsledky experimentů s materiálem $\text{Fe}_{22}\text{Al}_{10}\text{Cr}$ v širokém teplotním rozsahu od 20°C do 900°C a v rozsahu deformací rychlostí až do 10⁻² s⁻¹.

PODĚKOVÁNÍ

Dovoluji si touto cestou poděkovat svému školiteli Prof. Petru Kratochvílovi za odbornou pomoc, cenné rady, připomínky a vedení během celého doktorandského studia. Současně bych chtěla poděkovat celému kolektivu katedry materiálu za veškerou pomoc, kterou mi vždy velmi ochotně poskytli. Dále děkuji RNDr. Josefu Pešíčkovi (Katedra fyziky kovů MFF UK Praha) za odborný dohled při zkoumání pomocí transmisní mikroskopie. Děkuji Janovi Haklovi a Tomášovi Vlasákovi (SVÚM Běchovice) za realizaci creepových experimentů. Děkuji Grantové agentuře Univerzity Karlovy za finanční podporu z grantů č. 732/1997 a 162/2000.

Keywords: iron aluminide, high temperature deformation, creep properties

ANOTACE

Disertační práce je zaměřena na sledování vybraných vysokoteplotních mechanických vlastností intermetalických sloučenin $\text{Fe}_{28}\text{Al}_{14}\text{Cr}$ s přísadami titanboridu nebo céru, z důvodu relativně nízkých materiálových nákladů a dobré otěruvzdornosti, odolnost vůči kavitaci, vynikající odolnosti vůči kyslíku i síře a jejím sloučeninám. Na vzorcích byla provedena tahová zkouška s vyhodnocením meze kluzu $R_{p0,2}$, meze pevnosti R_m a tažnosti A v rozmezí teplot 20°C až 900°C pro různé deformační rychlosti a na materiálu s přísadou céru byly zkoumány creepové vlastnosti materiálu. Zkoušky tečení s průběžnou měřenou deformací byly provedeny v rozsahu teplot $500\text{--}900^\circ\text{C}$ a napětí $5\text{--}280\text{ MPa}$. Z výsledků byly stanoveny hodnoty minimální rychlosti deformace, napětového exponentu, aktivační energie, doby a napětí do lomu. Struktura byla stanovena použitím optické a elektronové mikroskopie.

Klíčová slova : aluminid železa, vysokoteplotní deformace, creep

ANNOTATION

The topic of PhD thesis has been the investigation of selected high temperature mechanical properties of intermetallic alloy $\text{Fe}_{28}\text{Al}_{14}\text{Cr}$ added alloyed by TiB_2 or by cerium, according to its low material costs, good abrasion resistance, cavitation resistance, excellent resistance to oxidation and sulfidation. The specimens have been tested in tension tensile test with following the quantities: yield stress $R_{p0,2}$, tensile strength R_m and ductility A , in the temperatures between of 20°C to 900°C , and various strain rates more evaluated. Creep properties have been investigated in material with cerium as additive. Creep tests with continuously measured strain have been carried out with temperature range of $500\text{--}900^\circ\text{C}$, and stress range of $5\text{--}280\text{ MPa}$. Obtained results have been used to determine the minimal strain rate, stress exponent, the activation energy, time and stress to rupture. The structure was determined using of optical and electron microscopy.

Keywords : iron aluminide, high temperature deformation, creep properties

OBSAH

1. Úvod	7
2. Vlastnosti slitin na bázi Fe ₃ Al	9
2.1 Struktura fází aluminidu železa v okolí složení Fe ₃ Al	9
2.2 Mechanické vlastnosti	11
2.2.1 Teplotní závislost mechanických vlastností	11
2.2.2 Křehký lom	13
2.2.3 Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti	16
2.2.4 Vliv ternárních příměsí	17
2.3 Některé aspekty deformace při vysokých teplotách	25
2.3.1 Creep	25
2.3.2 Superplasticita	28
2.4 Výroba slitin na bázi aluminidu železa	29
2.5 Vybrané vlastnosti aluminidů železa (dle označení USA)	31
3. Experimentální metodika	33
3.1 Příprava slitin	33
3.2 Způsoby deformace	34
3.3 Příprava vzorků pro mikroskopii	36
4. Výsledky	37
4.1 Tahová zkouška	37
4.2 Výsledky creepových zkoušek	43
4.3 Struktura vzorků	54
4.3.1. Výchozí materiál Fe ₂₈ Al ₄ CrTiB ₂	54
4.3.2. Výchozí materiál Fe ₂₈ Al ₄ CrCe	58
4.3.3. Struktura materiálu Fe ₂₈ Al ₄ CrTiB ₂ po deformaci za tepla	60
4.3.4. Struktura materiálu Fe ₂₈ Al ₄ CrCe po deformaci za tepla	65
5. Diskuse	72
6. Závěr	84
Literatura	86

1. Úvod

Zájem o aluminidy železa se datuje od třicátých let minulého století, kdy byla poprvé zaznamenána výborná odolnost proti korozi u sloučenin s více než 18% Al. Tyto slitiny mají relativně nízké materiálové náklady, zaručují úsporu prvků jako Cr, Ni a mají nižší specifickou hmotnost než vysokolegované slitiny železa a niklu. Jejich pevnost v tahu je porovnatelná s mnoha ocelmi. Limitovaná kujnost při běžných teplotách a pokles pevnosti nad 600°C byly argumenty proti jejich aplikaci jako konstrukčních materiálů. V poslední době se však ukázalo, že zlepšení tažnosti může být dosaženo v tvářených slitinách úpravou složení a mikrostruktury. Aluminidy železa mají dále dobrou otěruvzdornost, odolnost vůči kavitaci, vynikající odolnost vůči síře a jejím sloučeninám, proto se předpokládá jejich použití např. na lopatky pro turbíny a kompresory tryskových motorů, konstrukční součásti v letectví, topné články, výměníky tepla, vybavení pro chemickou výrobu, pro aplikace v roztavených solích, komponenty jaderných reaktorů, regenerátorové desky, výfukové systémy a jiné součástky spalovacích motorů atd.

Tyto skutečnosti jsou motivem pro výzkum, který toho času probíhá na katedře fyziky kovů Karlovy univerzity v Praze a na katedře materiálu Technické univerzity v Liberci. V jeho rámci vznikla předložená disertační práce : **Vlastnosti slitiny Fe-28Al-4Cr z hlediska použití při vysokých teplotách.**

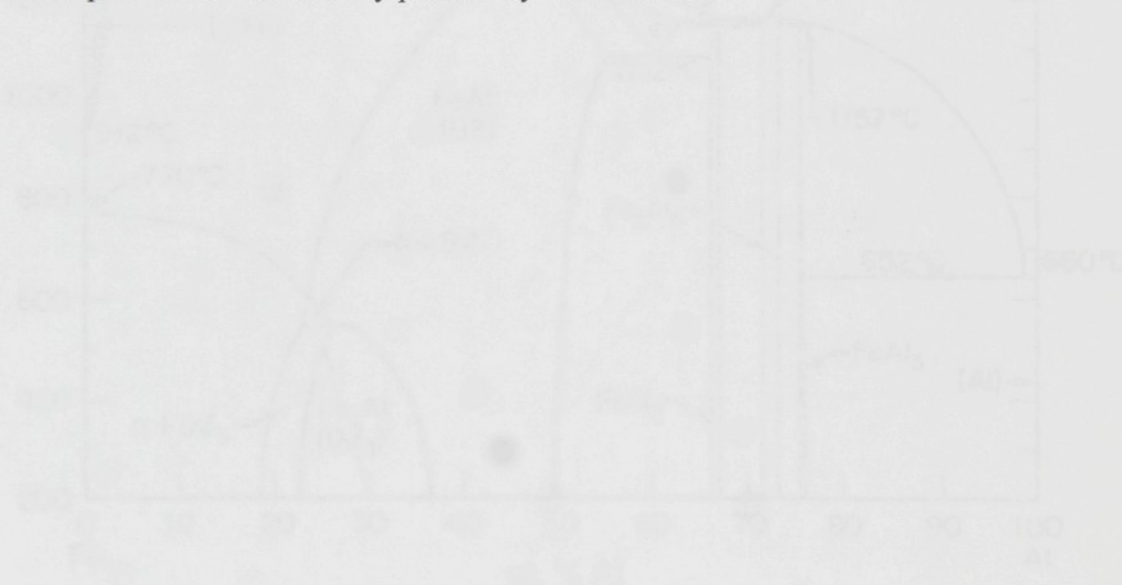
Zásadní otázkou při tomto studiu bylo získání materiálu definovaných vlastností, který by byl použitelný jako konstrukční materiál resp. jako vhodný polotovár. Za takový považujeme materiál s vhodnou strukturou a mechanickými vlastnostmi. K získání takového stavu je nutné využít tváření za tepla pro iniciaci jak dynamické tak i statické popř. metadynamické rekrystalizace. Z hlediska dostupnosti tvářecích postupů v České republice (s podmínkou možnosti pracovat s malými experimentálními tavbami do 20kg) bylo využito možnosti protlačování trubek za tepla (FERRA a.s., Hrádek u Rokycan) a válcování za tepla (Kovohutě, VÚK, s.r.o Panenské Břežany). Výsledný polotovár (trubka, plech) lze upravovat tepelným zpracováním, příp. výchozí slitinu jejím složením (aditiva, stechiometrie).

V práci se věnuje pozornost jednak teplotní závislosti rozhodujících veličin $R_{p0,2}$, R_m , A , jednak creeepové odolnosti zkoumaného materiálu. V obou případech se výsledky váží na sledování struktury optickou a elektronovou mikroskopií. Motiv pro tento výběr měření je dvojitý:

- studium podmínek pro výrobu polotovarů z aluminidů tvářením za tepla
- zjišťování podmínek pro použití aluminidů železa při vysokých teplotách.

Výběr studovaného materiálu, který je modifikací základní verze Fe-28Al-4Cr s aditivou Ce a TiB_2 byl dán předběžnými pokusy [1,2,3,4], u kterých byla ověřena přijatelná tvařitelnost a tažnost při pokojové teplotě.

Cílem práce bylo ověřit možnost výroby aluminidu železa (tj. odlévat a tvářet) v českých podmínkách tak, aby zkoumaný materiál měl srovnatelné vysokoteplotní vlastnosti v porovnání s aluminidy používanými ve světě.



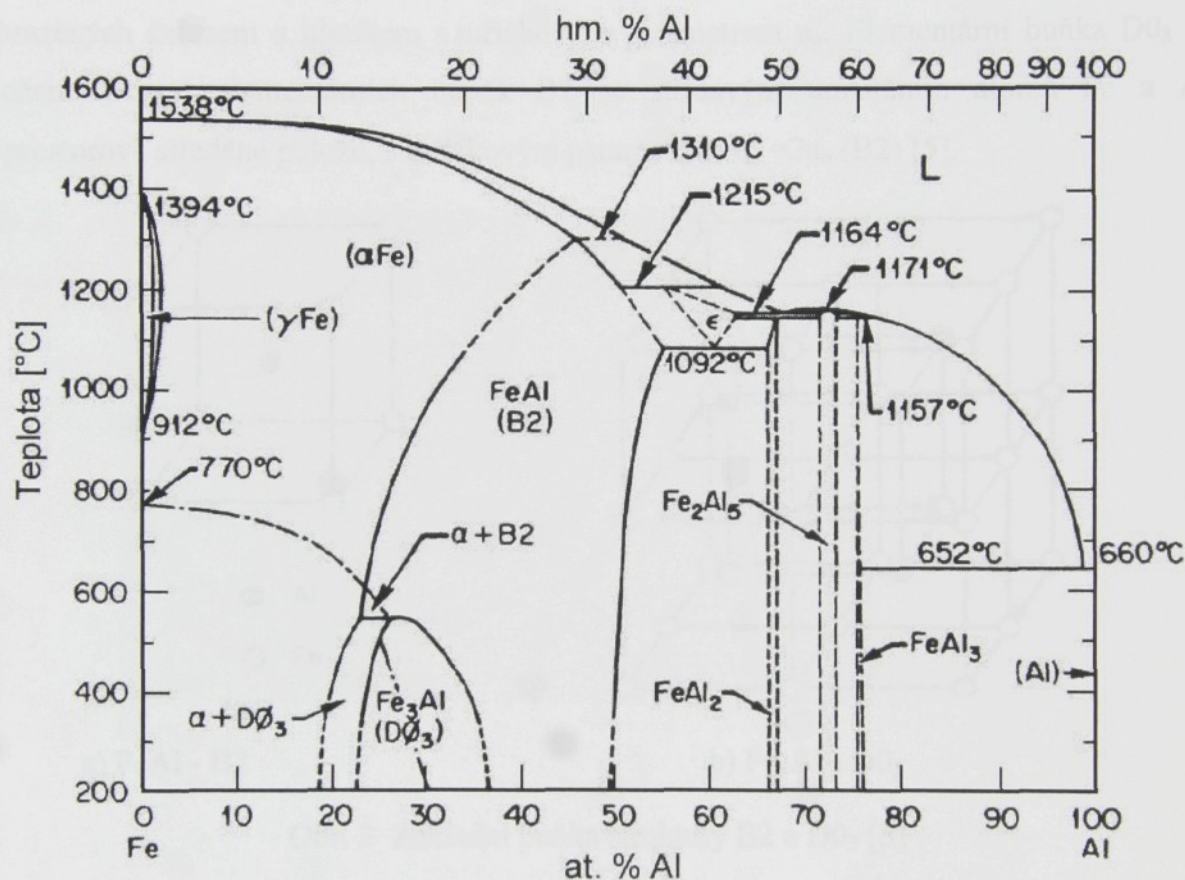
Obr. 1 Fázový diagram Fe - Al [1]

Fázový diagram binárního systému Fe-Al obsahuje řadu významných fází, z nichž z hlediska praktického jsou zajímavé: tuhý roztok α a uspořádané struktury B2 a DO₃. V okolí stechiometrického složení Fe₃Al nabývá slitin složených z Fe a Al za teploty na teplotě z složení. Je to neuspořádaný tuhý roztok α (Fe₃Al) (Fe₃Al), při vysokých teplotách a dle uspořádané fáze (DO₃ a B2) při teplotách nižších. Struktura Fe₃Al je uspořádaná při stechiometrickém složení a vysokých teplotách je uspořádaná. Fe₃Al je uspořádaný tuhý roztok (α). Fe₃Al představuje uspořádanou strukturu Fe₃Al se strukturou DO₃, která má

2. Vlastnosti slitin na bázi Fe_3Al

2.1 Struktura fází aluminidu železa v okolí složení Fe_3Al

Intermetalická sloučenina, (též intermetalická fáze nebo intermetalikum) je slitina, jejíž struktura je uspořádaná. Jedná se o uspořádaný tuhý roztok, který vzniká z neuspořádaného při stechiometrickém složení a při určité teplotě. Krystalová struktura intermetalik souvisí s velmi silnou částečně homoepolární vazbou mezi nestejnými atomy.

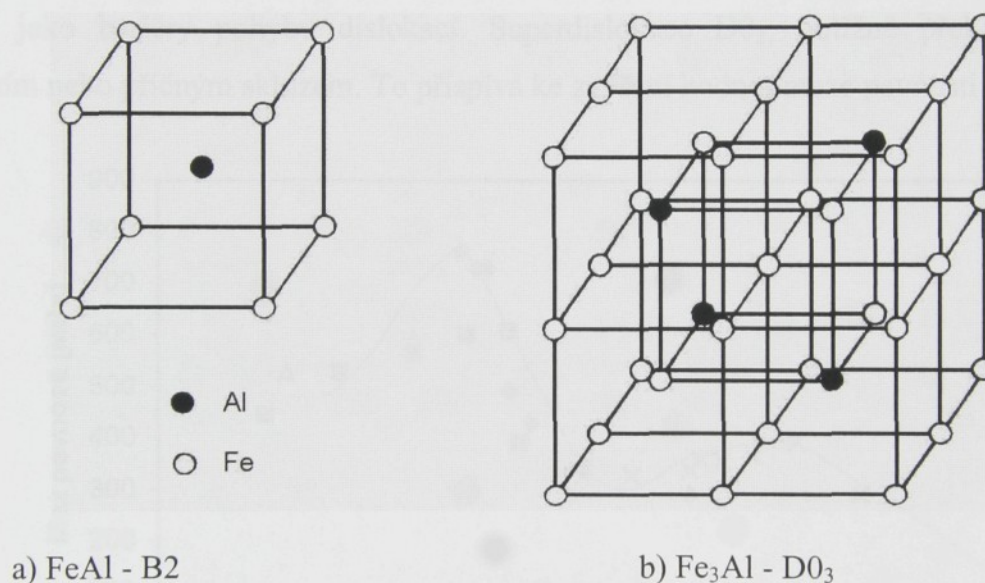


Obr. 1 Fázový diagram Fe – Al [5]

Fázový diagram binárního systému Fe-Al obsahuje řadu intermetalických fází, z nichž z hlediska praktického jsou zajímavé : tuhý roztok α a uspořádané struktury B2 a D0_3 . V okolí stechiometrického složení Fe_3Al nabývá slitina různých struktur v závislosti na teplotě a složení. Jsou to neuspořádaný tuhý roztok hliníku v železe (α -ferit) při vysokých teplotách a dvě uspořádané fáze (D0_3 a B2) při teplotách nižších. Sledujeme-li fázovou strukturu při stechiometrickém složení od vysokých teplot k nižším je sled oblastí: neuspořádaný tuhý roztok (α), Fe_3Al s nedokonalou uspořádanou strukturou B2, dvě dvoufázové oblasti $\alpha + \text{D0}_3$ a $\alpha + \text{B2}$ a uspořádaný Fe_3Al se strukturou D0_3 . Složení slitiny

se upravuje do nestechiometrického složení Fe-28at.%Al, aby se odstranily nadbytečné fázové transformace přes dvoufázové oblasti. To zajišťuje jednoduchou situaci s rozhodujícím fázovým přechodem v pevném stavu $D0_3 \leftrightarrow B2$ [5]. Teplota transformace (T_C) mezi strukturami B2 a $D0_3$ ve stechiometrickém složení Fe_3Al je přibližně 550°C.

Uspořádané krystalové struktury $D0_3$ a B2, jejichž základní buňky jsou na obr. 2., vycházejí z prostorově středěné krychlové struktury. Mřížka B2 má ve středu krychle atom hliníku a v rozích atomy železa. Jedná se o průnik dvou prostých krychlových mříží obsazených železem a hliníkem s mřížkovým parametrem a_0 . Elementární buňka $D0_3$ je složena z osmi elementárních buněk B2 se střídavým umístěním atomů Fe a Al v prostorově středěné poloze, s mřížkovým parametrem $a_0' = 2a_0$ (B2) [5].



Obr. 2 Základní buňka struktury B2 a $D0_3$ [5]

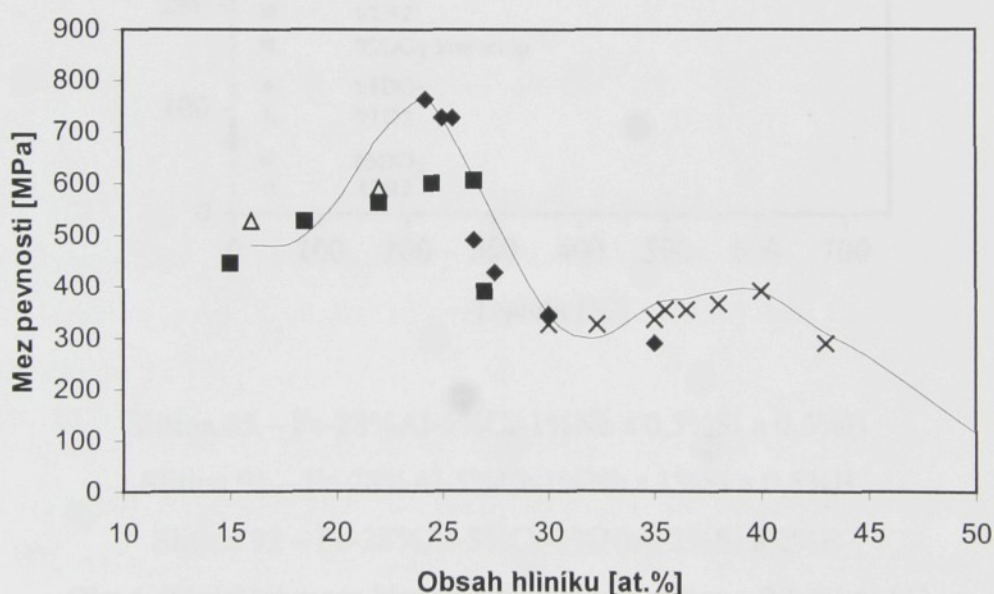
V uspořádaném stavu B2 je každý atom A obklopen osmi nejbližšími atomy B a naopak. Plocha, podél níž je toto uspořádání nejbližších sousedů narušeno, se nazývá antifázové rozhraní (APB). Tato rozhraní rozdělují nadmřížku na domény. V Fe_3Al existují nad teplotu T_C domény B2, při podchlazení pod tuto teplotu dochází ke vzniku jemnějších domén $D0_3$ uvnitř dřívějších domén B2.

Způsob a průběh deformace v aluminidech železa závisí na složení, teplotě a stupni uspořádanosti rozložení atomů. Ve stechiometrickém Fe_3Al je hlavní skluzový systém $\{110\} \langle 111 \rangle$ a deformační chování ve struktuře $D0_3$ je určováno pohybem čtyřnásobně rozštěpených superdislokací, a ve struktuře B2 dvojnásobně rozštěpených superdislokací [6].

2.2 Mechanické vlastnosti

2.2.1 Teplotní závislost mechanických vlastností

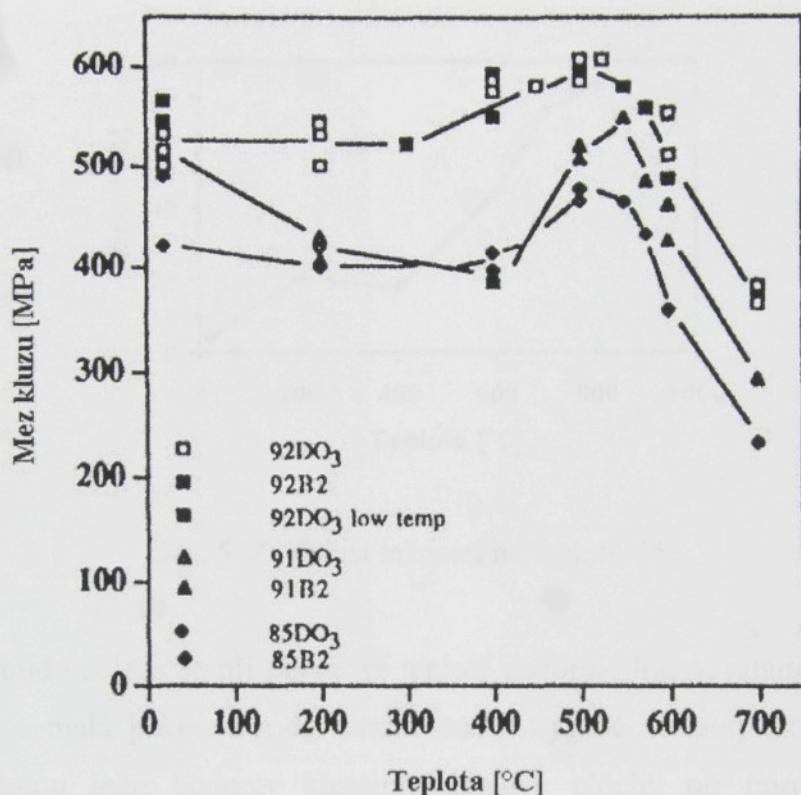
Mechanické vlastnosti aluminidů železa jsou velmi citlivé na mnoho faktorů, mezi něž patří obsah železa (stechiometrie), uspořádání (typ, množství, velikost uspořádaných domén), tepelné zpracování, teplota deformace, slitinové přísady, prostředí, mikrostruktura. Při pokojové teplotě mez pevnosti v tahu dosahuje maxima blízko stochiometrického složení Fe_3Al (obr. 3). Podobný trend byl pozorován i u tvrdosti [5]. Důvod pro vyšší pevnost je mnohem vyšší stupeň uspořádání D0_3 při tomto složení. APB slouží jako bariéry pohybu dislokací. Superdislokace D0_3 , obtížně překonává APB šplháním nebo příčným skluzem. To přispívá ke zvýšení hodnot meze pevnosti [5].



Obr. 3 Průběh meze pevnosti v závislosti na obsahu hliníku [5]

Maximum meze pevnosti v závislosti na teplotě pro většinou používané binární slitiny s 28at% Al leží blízko přechodové teploty $\text{D0}_3\text{-B2}$ ($\sim 550^\circ\text{C}$). Tato skutečnost se popisuje jako anomálie skluzového napětí (obr. 4). Na obrázku jsou závislosti pro materiály s různou strukturou (B2 a D0_3), které lze připravit různým tepelným zpracováním. Procesy při nízkých a vysokých teplotách byly interpretovány na základě rozboru interakcí dislokací pomocí TEM. Deformace v D0_3 je řízená pohybem

superdislokací s Burgersovým vektorem $\langle 111 \rangle$, které jsou vždy tvořeny skupinou čtyř dislokací $a_0'/4 \langle 111 \rangle$ [6]. Pro B2 jsou superdislokace složeny ze dvou dislokací $a_0/2 \langle 111 \rangle$. Skluz v obou případech probíhá na skluzových rovinách $\{110\}$. Při nižších teplotách (do 350°C – struktura D0₃) mez kluzu klesá s rostoucí teplotou.



Slitina 85 – Fe-28%Al-5%Cr-1%Nb s 0,5%Si a 0,5%B

Slitina 91 – Fe-28%Al-5%Cr-1%Nb s 1%Si a 0,5%B

Slitina 92 – Fe-28%Al-5%Cr-1%Nb s 2%Si a 2%B

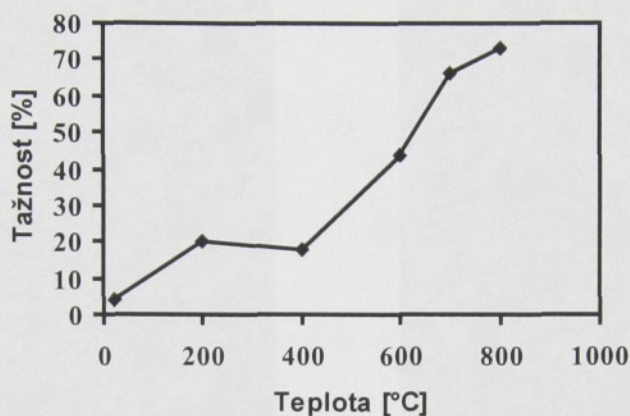
Obr.4 Závislost meze kluzu na teplotě pro slitiny s 28at%Al [6]

Při vzrůstajících teplotách (350 až 600°C) mez kluzu roste s rostoucí teplotou. To se přičítá tomu, že se vytvářejí překážky procesem popsáným např. Morrisem [6]. Při teplotách vyšších než 600°C mez kluzu klesá s rostoucí teplotou. Bylo ověřeno, že dochází k pohybu dislokací s Burgersovým vektorem $\langle 001 \rangle$ [6]. Názory na nárůst meze kluzu ve střední oblasti teplot se dosud různí. Původně byl tento nárůst spojován pouze s přechodem uspořádání D0₃ $\leftrightarrow$ B2 [6]. Morris et al. [6] předpokládají, že část superdislokace $\langle 111 \rangle$ se šplháním může přemístit do jiných rovin typu $\{110\}$ a stane se překážkou pro skluz zbývajících superdislokací $\langle 111 \rangle$.

2.2.2 Křehký lom

Pro Fe_3Al je charakteristická omezená tažnost a křehký lom při pokojové teplotě a nízkých teplotách. Typické hodnoty prodloužení při pokojové teplotě jsou menší než 10%.

– obr. 5. S rostoucí teplotou tažnost narůstá na hodnoty umožňující tvářet materiál za tepla.



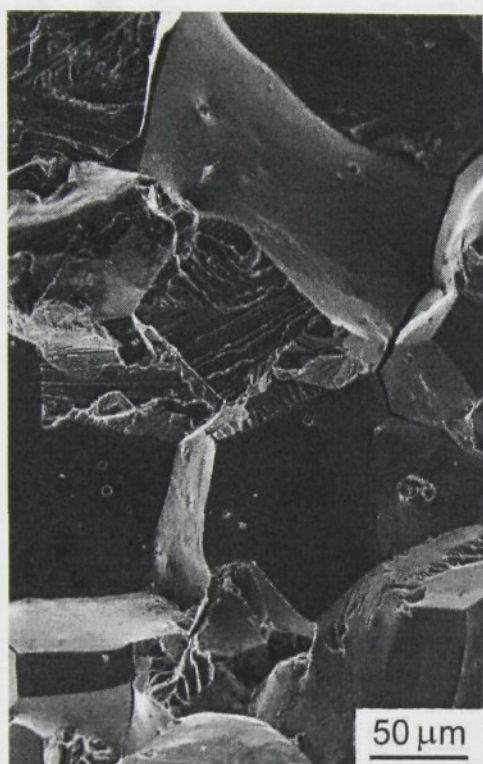
Obr. 5 Závislost tažnosti na teplotě [5]

U aluminidu železa se při pokojové teplotě pozoruje interkrystalický lom (obr. 6). Jeho příčinou je malá pevnost podél hranic zrn a vysoké hodnoty skluzového napětí. S rostoucí teplotou jeho hodnoty klesají a lomové plochy při porušení obsahují i transkrystalické partie [5].

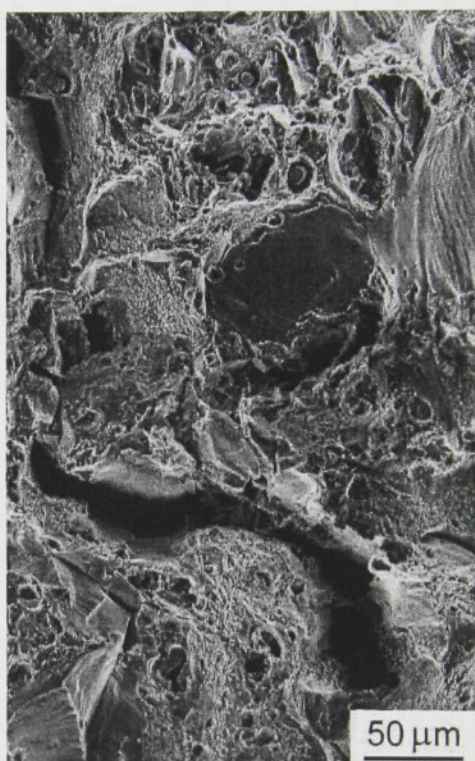
Podobný materiál tomu, který byl studován v této disertační práci, byl zkoumán v práci [7]. Autoři zkoumali lomovou morfologii ve třech teplotních oblastech : teplota okolí (20°C), oblast uspořádané struktury D0_3 (200-520°C), oblast uspořádané struktury B2 (550-700°C). Lomová plocha tělesa porušeného při pokojové teplotě měla charakter křehkého lomu. Při lomu často docházelo k interkrystalické dekohezi současně s porušením jednotlivých zrn transkrystalickým lomem (obr. 6a). V oblasti D0_3 (200-520°C) došlo ke snížení podílu interkrystalického lomu a zvýšení podílu transkrystalického lomu. Zvyšování teploty vedlo ke vzniku výrazných trhlin na lomové ploše (obr. 6.b). Lomová plocha v oblasti B2 (550-700°C) se výrazně mění od předchozích oblastí. Plocha měla charakter transkrystalického tvárného lomu. Se zvyšující se teplotou se podíl fazetek značně zmenšoval a zmenšovalo se i množství trhlinek. U vzorku deformovaného při 700°C měla celá lomová plocha tvárný charakter se zřetelnou plastickou deformací a na lomové ploše se již nevyskytovaly žádné trhliny (obr. 6c) [7].

Lom je z velké části podmíněn interakcí s okolním prostředím. V zásadě se jedná o interakci:

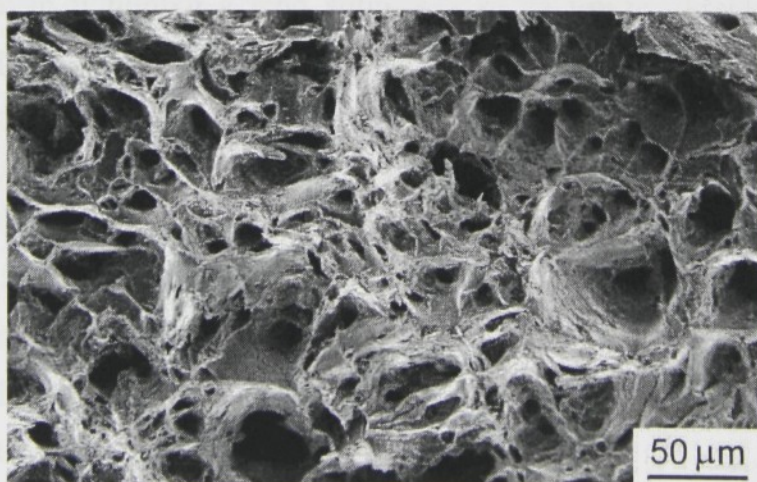
- A) pozitivní s kyslíkem v ovzduší, při němž se vytváří ochranná vrstva Al_2O_3
- B) negativní s vodní párou, při níž vzniká vodík, to vede k tzv. vodíkové křehkosti.



a) Převážně interkrystalický lom při pokojové teplotě



b) Výrazný podíl transkrystalického lomu o při 520°C



c) Tvárný lom pozorovaný při teplotě 700°C

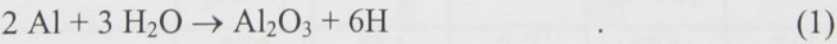
Obr. 6 Lomové plochy aluminidu železa $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{Cr}$ [7]

Výsledky testů vlivu prostředí na mechanické vlastnosti jsou v Tab. 1 [8]. Při zkoušce na vzduchu mají slitiny tažnost 4,1%, která vzrůstá na 12,4% při zkoušce ve vakuu případně v kyslíku. To ukazuje, že některé druhy plynů ve vzduchu způsobují zkřehnutí a když se jejich vlivu vyhneme, tažnost se zlepší. Jako činidlo způsobující zkřehnutí byla identifikována vodní pára. Jak je ukázáno v Tab.1, zkouška ve vodních párách má podobné účinky jako zkouška na vzduchu. Pro Fe₃Al je maximum tažnosti dosaženo buď v kyslíku nebo ve vakuu. Dobrá tažnost získaná v suchém kyslíku ukazuje, že vyšší obsah kyslíku podporuje rychlejší tvorbu oxidů, které působí jako bariéra proti vodním parám [8].

Tab. 1 Plasticita aluminidů železa při pokojové teplotě v závislosti na výběru prostředí při zkoušce.

	Tažnost [%]	Mez kluzu [MPa]	Mez pevnosti [MPa]
Vzduch	4,1	387	559
Vakuum (1x10 ⁻⁴ Pa)	12,8	387	851
Kyslík (6,7x10 ⁴ Pa)	12,0	392	867
Ar+4%H ₂ (6,7x10 ⁴ Pa)	8,4	385	731
Vodní pára (67 Pa)	2,1	387	475

Mechanismus, který se předpokládal pro tento typ křehkosti, je podobný tomu, který byl pozorován u hliníku a jeho slitin. Má se za to, že křehkost je způsobena chemickou reakcí



Protože slitiny aluminidů železa obsahují relativně velké koncentrace hliníku, předpokládá se, že hliník reaguje s molekulou vodní páry za vzniku oxidu hlinitého a atomárního vodíku, který způsobuje vodíkovou křehkost ve vrcholcích trhlin, kde vznikají čerstvé povrchy díky koncentracím napětí. Tabulka 1 ukazuje, že mez kluzu je necitlivá ke zkušebnímu prostředí.

2.2.3 Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti

Tažnost může být zlepšena také tepelným zpracováním. V Tab. 2 jsou shrnuty mechanické vlastnosti při pokojové teplotě pro několik slitin Fe_3Al v závislosti na tepelném zpracování. Z tabulky je patrné, že žiháním, způsobujícím vznik uspořádání B2, lze získat lepší mechanické vlastnosti než pro strukturu D0_3 . Výsledky tahové zkoušky ukázaly, že tahnost je až 2x větší pro žihání při 750°C pro všechny zkoumané aluminidy železa. Žihání při 850 a 750°C a ochlazení v oleji, způsobilo zvýšení tahnosti, které lze přičíst faktorům:

A) při chlazení olejem zůstává olej v trhlkách a tím minimalizuje penetraci vodíku při deformaci

B) tepelné zpracování při 700 - 750°C a následné rychlé ochlazení maximalizuje uchování struktury B2 a minimalizuje množství D0_3 struktury, která je křehčí [5].

Z tabulky 2 lze vyčíst, že pro zlepšení tahnosti je vhodné materiál žíhat při teplotách 700 - 750°C .

Tab. 2 – Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti [5]

	1h/ 850°C + 5-7dní při 500°C , vzduch			1h/ 750°C , vzduch a olej		
	D0₃			B2		
	Mez kluzu [MPa]	Pevnost [MPa]	Tažnost [%]	Mez kluzu [MPa]	Pevnost [MPa]	Tažnost [%]
Fe-28Al	279	514	3,7	434	716	8,0
Fe-28Al-4Cr	228	554	8,2	382	752	14,6
Fe-28Al- 5Cr-0,1Zr-0,05B	312	546	7,2	480	973	16,4
Fe-28Al-5Cr-0,5Nb-0,2C	320	679	7,8	384	930	16,9
Fe-28Al-5Cr-0,5Nb-0,5Mo-0,1Zr-0,2B	379	630	5,0	589	965	10,2

2.2.4 Vliv ternárních příměsí

Ternární příměsi, jak intersticiální tak substituční, způsobují změny především mechanických vlastností aluminidů a některé ovlivňují kritickou teplotu T_C . Vhodným použitím příměsí můžeme potlačit křehkost při nízkých teplotách a zlepšit tvařitelnost při pokojové teplotě – Tab. 3 [8].

Tab. 3 - Vliv legujících prvků na vlastnosti Fe_3Al [8]

Legura	tvárnost	tažnost	Mez kluzu	Pevnost při HT	Crepová odolnost ^a	Teplota $B2 \leftrightarrow D0_3$ ^b	Oxidační odolnost ^c
Prvky tvořící precipitáty							
Nb	—	↓↓	↑↑	↑↑	↑↑	—	—
Cu		↓↓	↑↑	↓		—	—
Ta	↓↓	↓	↑↑	↑↑		—	—
Zr	↓↓	↓↓	—	—	↑		
B		↑	↑	—	—	—	—
C		—	↑	—	↓	—	—
Prvky tvořící tuhé roztoky							
Cr	↓	↑	↓	↑	—	—	—
Ti	—	↓↓	↑	↑	↑	↑	↓
Mn	—	↓	↓↓	↑	—	↑	—
Si	—	↓↓	↓↓	↑↑		↑↑	—
Mo	↓	↓↑	↓	↑↑	↑↑	↑	—
W	—	—	—	—	—		↓↓
Ni		↓↓	↓	↑↑		—	—

↓ - klesající účinek, ↑ – rostoucí účinek, — značí žádný vliv příměsi

každá šipka odpovídá jednomu odkazu

(^a) – zkoušeno do lomu při 593°C a 207MPa

(^b) – stoupá nebo klesá od 540°C

(^c) – zkoušeno při 800-816°C, 240-500 hod v laboratorních podmínkách

Chróm

Obsah chrómu je vhodný do 6at%. Vytváří tuhý roztok v mříži Fe₃Al a pozitivně ovlivňuje tvoření oxidů. Výsledkem je zvýšení tažnosti za pokojové teploty. S rostoucím obsahem Cr se zvyšuje odolnost proti oxidaci a naopak slitina obsahující více než 2%Cr je méně odolná proti sulfidaci [9]. Chrom zvyšuje teploty fázových přechodů a stabilizuje struktury B2 a D0₃ [8,10]. Příznivou vlastností je zvýšení svařitelnosti materiálu [5]. Přidání 2-6% chrómu způsobuje zdvojnásobení tažnosti při pokojové teplotě – Tab.4 [8].

Tab. 4 - Mechanické vlastnosti slitiny Fe28Al v závislosti na obsahu Cr [8]

Vlastnost	Fe-28%Al	Fe-28%Al+2%Cr	Fe-28%Al+4%Cr	Fe-28%Al+6%Cr
20°C				
Mez kluzu [MPa]	279	247	228	232
Pevnost [MPa]	514	638	553	535
Tažnost [%]	3,7	9,4	8,2	8,4
600°C				
Mez kluzu [MPa]	345	349	347	358
Pevnost [MPa]	383	401	409	415
Tažnost [%]	33	43	32	34

Mechanismus, jak Cr ovlivňuje tažnost při pokojové teplotě, byl studován na slitině Fe28Al. Bylo pozorováno, že s příměsí Cr je transkrystalický lom doprovázen určitým stupněm interkrystalického lomu, což ukazuje, že Cr zvyšuje štěpnou pevnost a částečně potlačuje štěpný lom [8].

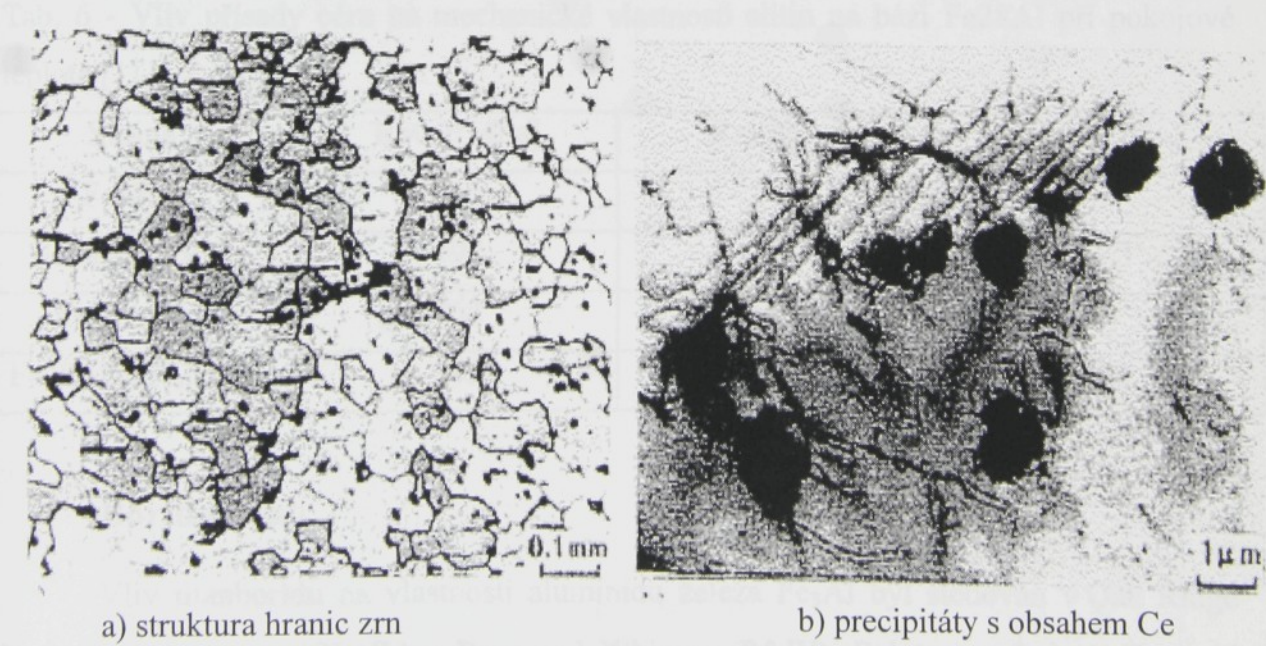
Tabulka 5 ukazuje výsledky tahových zkoušek na vzduchu při pokojové teplotě pro Fe-28Al a Fe-28Al-4Cr jako funkci teploty zpracování. Chrom způsobuje snížení meze kluzu. Vliv Cr na transformaci D0₃ ⇌ B2 byl zjišťován pomocí rentgenové difrakce, která ukázala, že po zakalení z oblasti B2, chrom stabilizuje B2 strukturu až do pokojové teploty [8].

Tab. 5 - Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti Fe₃Al a Fe₃Al+Cr na vzduchu při pokojové teplotě [8]

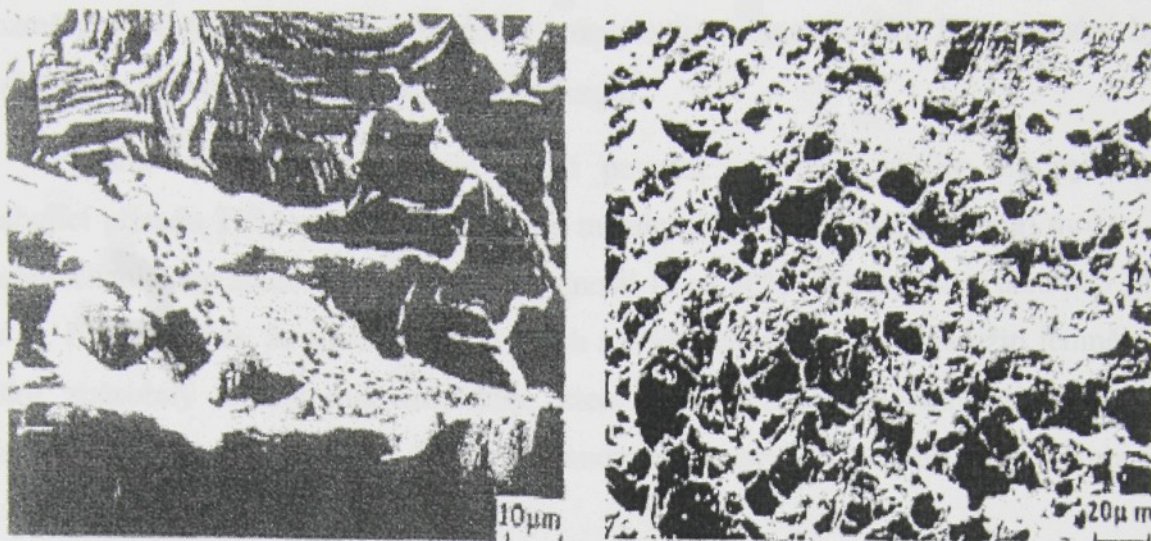
Tepelné zpracování	Fe-28Al			Fe-28Al-4Cr		
	Mez kluzu [MPa]	Pevnost [MPa]	Tažnost [%]	Mez kluzu [MPa]	Pevnost [MPa]	Tažnost [%]
1/900°C+2/700°C	398	587	4,3	199	433	7,8
1/900°C+96/500°C	277	551	5,6	196	423	7,2
1/850°C+96/500°C	285	466	3,6	248	461	7,0

Cér

Zlepšení tažnosti a zvýšení vysokoteplotní pevnosti bylo rovněž dosaženo mikrolegováním cérem – Tab.6 [11]. Hlavní mikrostrukturní změna způsobená mikrolegováním cérem se projevila ve zjemnění zrna (obr.7a). Přísada Ce do slitin na bázi Fe₃Al má za následek tvorbu precipitátů, zejména u hranic zrn (obr.7b). Přísada Ce zvýšila na povrchu vzorku podíl oxidů hliníku Al₂O₃ a chrómu Cr₂O₃ za současného snížení podílů oxidu železa Fe₂O₃. Vznik oxidů hliníku a chrómu na povrchu vzorků výrazně omezuje difúzi vodíku do slitiny.



Obr. 7 Rekrystalizovaná slitina Fe28Al2Cr0,05Ce [11]



Obr.8 Lomové plochy slitiny Fe₂₈Al₂Cr_{0,05}Ce [11]

Oproti přísadě Cr, která mění transkrystalický lom binární slitiny Fe₂₈Al na smíšený lom transkrystalického a interkrystalického charakteru, přísada Ce způsobuje, že lom při pokojové teplotě je transkrystalický s malým podílem tvárného lomu. Při 600°C vykazují slitiny s přísadou Ce tvárný lom - obr.8. Mechanismus působení céru není dosud plně pochopen. Předpokládá se, že céra zabraňuje nečistotám usazovat se na hranicích zrn a zpevňuje atomové vazby [12].

Tab. 6 - Vliv přísady céru na mechanické vlastnosti slitin na bázi Fe₂₈Al při pokojové teplotě [11]

Slitina	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	Tažnost[%]
Fe ₂₈ Al	410	549	4,5
Fe ₂₈ Al _{0,05} Ce	497	970	14,3
Fe ₂₈ Al ₂ Cr	462	900	13
Fe ₂₈ Al ₂ Cr _{0,05} Ce	645	1134	18,9

Borid titanu

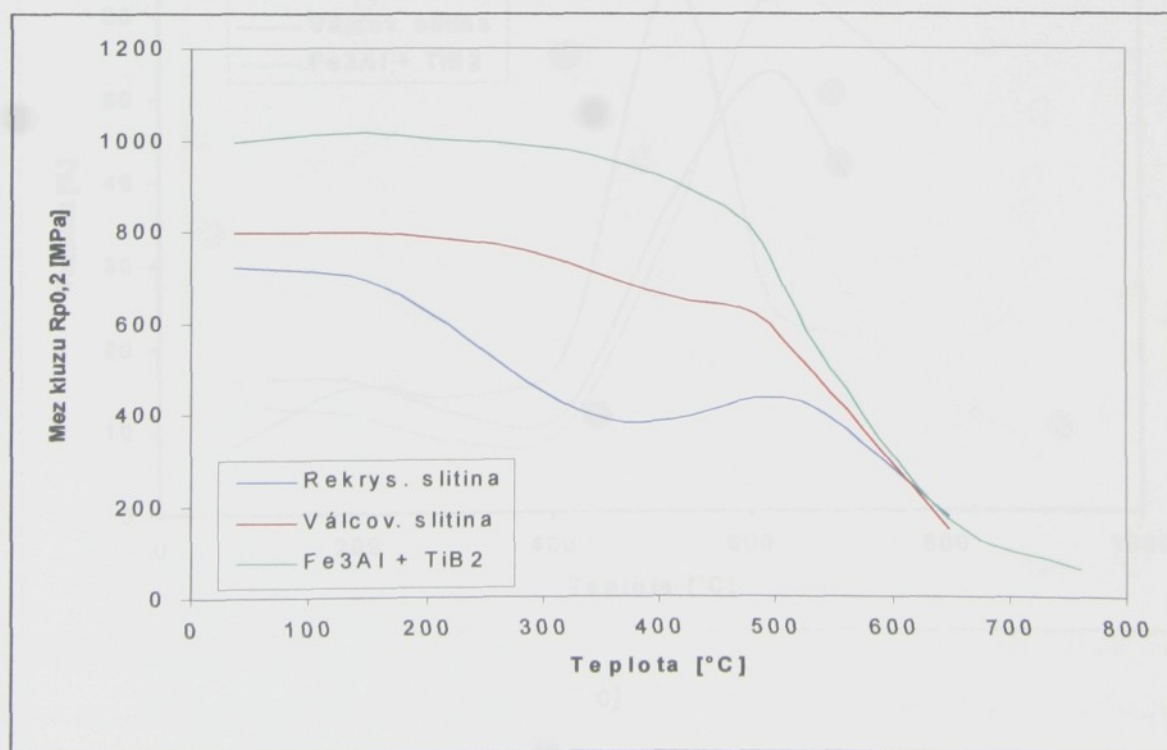
Vliv titanboridu na vlastnosti aluminidu železa Fe₃Al byl sledován v Oak Ridge National Laboratory (ORNL) a Pratt and Whitney (P&W). Polotovary byly tvářeny na plech opakovaným válcováním při 650°C až 1000°C. Studium materiálu pomocí transmisní elektronové mikroskopie ukázalo, že částčky TiB₂ jsou tvaru tyčinek,

s rozměry od 0,4 do 2 μm a jsou dobře rozptýleny v materiálu [8]. Pro srovnání bylo několik slitin též připraveno práškovou metalurgií.

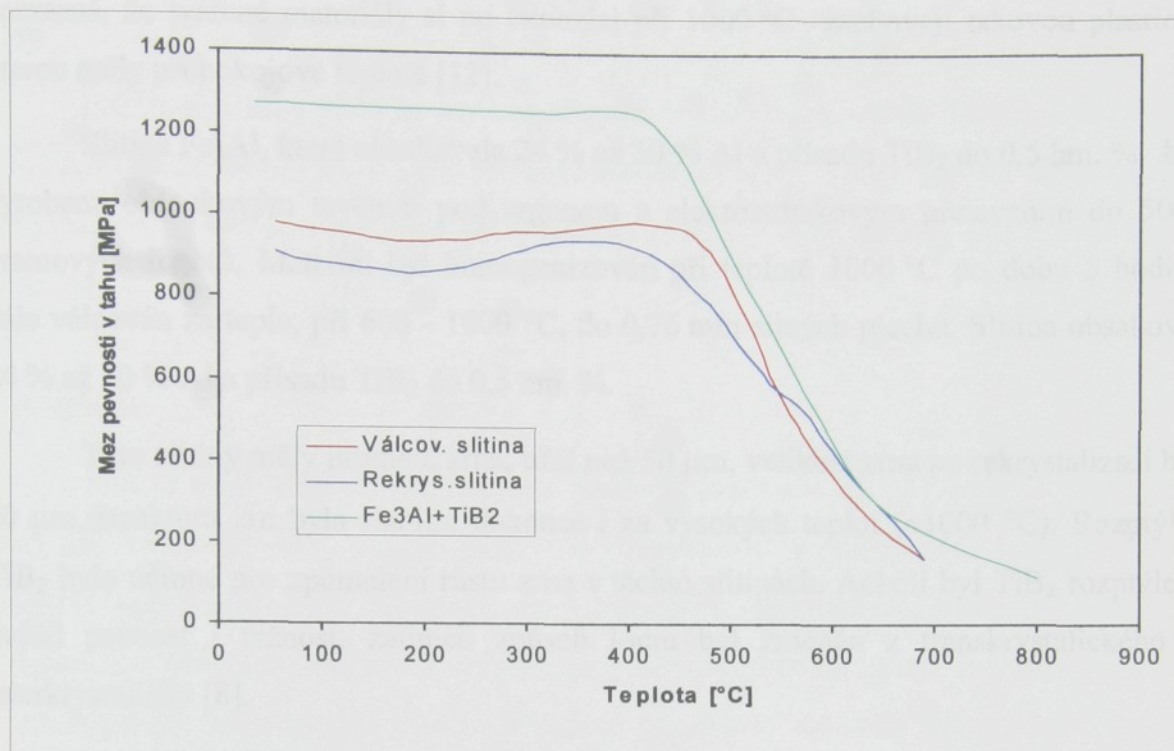
Přísada titanboridu umožňuje zvýšit pevnost a tažnost slitiny. Slitiny Fe_3Al obsahující přísadu TiB_2 vyrobené práškovou metalurgií (protlačování za tepla) mohou po termomechanickém zpracování dosáhnout tažnosti 15 až 20% při pevnosti v tahu 965 MPa (obr 9). Bylo zjištěno, že změny zpevňovacích a tvářecích podmínek a použití jemnějšího prášku způsobily změny mikrostruktury, které byly shledány hlavním důvodem pro odlišnosti v pevnosti a tažnosti. Obecně jemnozrnnější struktury dávají lepší kombinaci mechanických vlastností [8].

Byly zkoumány účinky termomechanického zpracování na mikrostrukturu slitiny. Bylo zjištěno, že stupeň rekrytalizace má silný vliv na tažnost: částečně rekrytalizovaný vzorek měl tažnost 11 %, ale tažnost rekrytalizovaného byla pouze 3 %. Rekrytalizace (teplota 850°C a doba 1 hod) mění způsob lomu z převážně transkrystalického na interkrystalický. Maximálně příznivý účinek na tažnost byl zaznamenán s přísadou 2 hm. % TiB_2 , nad touto koncentrací se tažnost již zmenšuje [8].

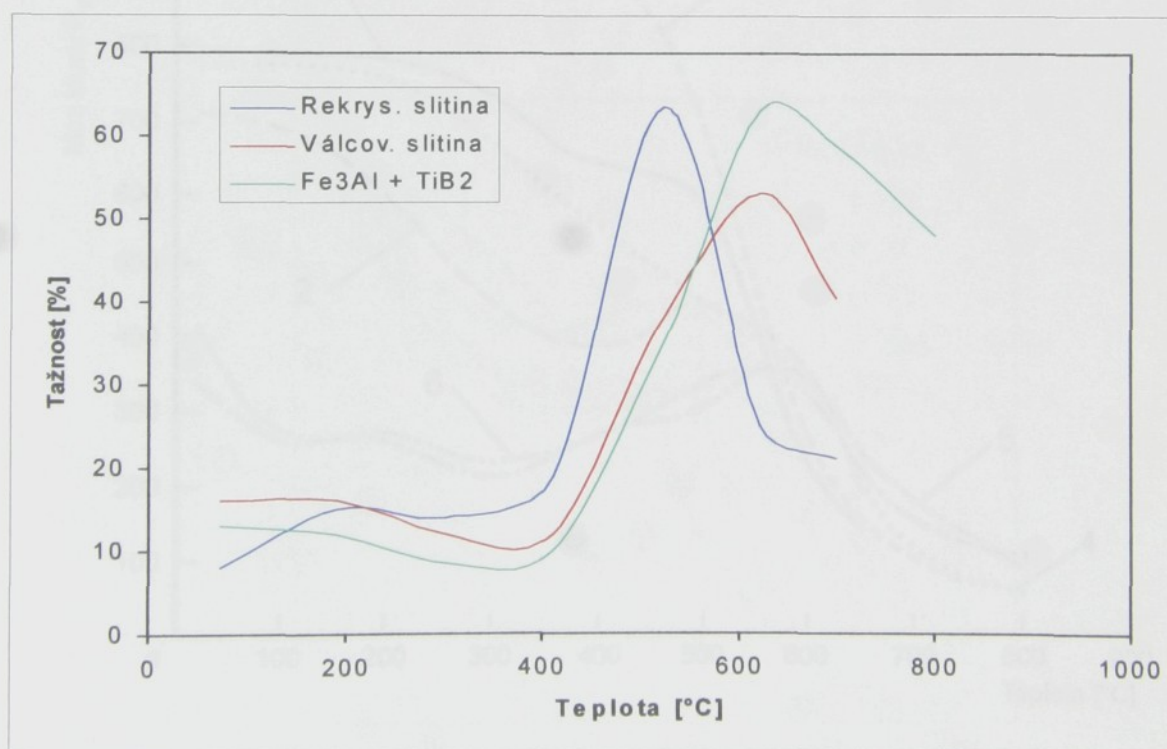
Mez kluzu $R_{p0,2}$ prudce klesá se zvýšením obsahu Al nad 25 %, jak ukazuje obr. 10. Přísada TiB_2 slitinu zpevňuje a prokazatelně způsobuje též zjemnění zrna [12].



a)



b)



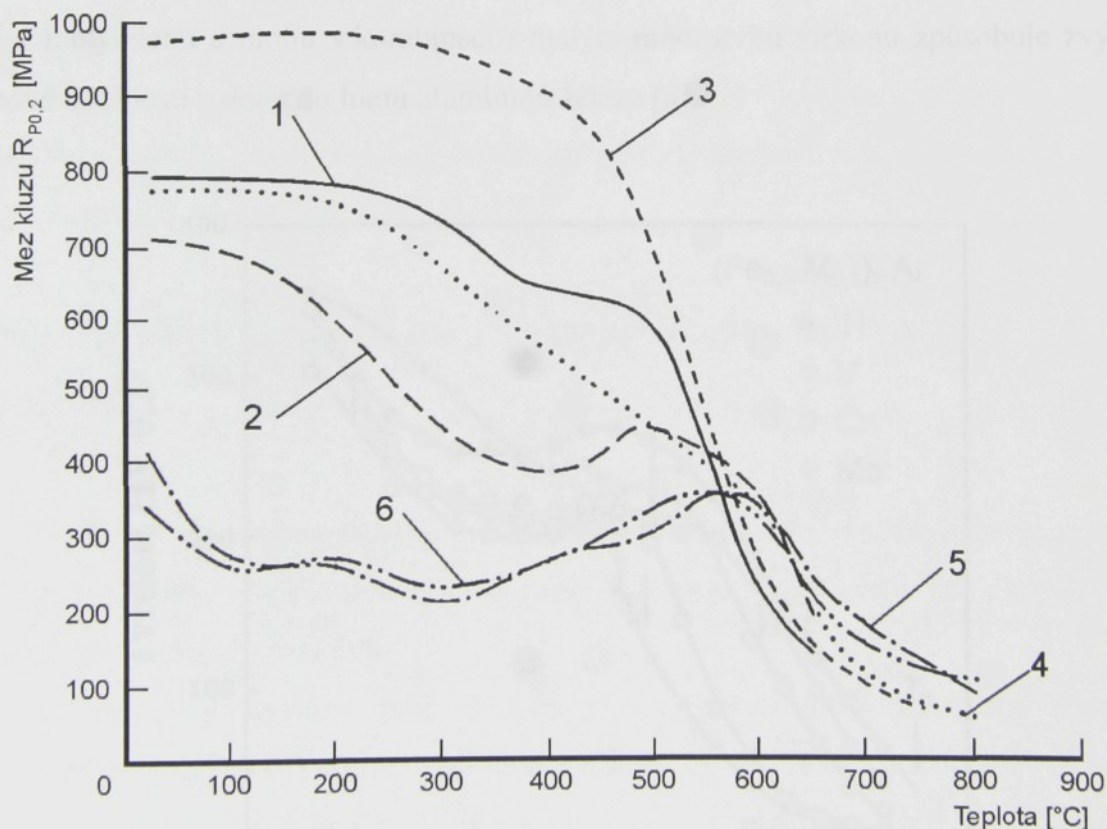
c)

Obr. 9 Mechanické vlastnosti aluminidu železa Fe_3Al s přidavkem TiB_2 a bez něj získaných práškovou metalurgií nebo připravených tavením a válcováním při 650 a 1000°C a) mez kluzu, b) mez pevnosti, c) tažnost [8].

Částice TiB_2 navíc způsobují posun teploty rekrytalizace ze 650 na 1100 °C, což znamená, že tvářené materiály si po expozici při 1000 °C zachovají takovou plasticitu, kterou měly při pokojové teplotě [12].

Slitina Fe_3Al , která obsahovala 24 % až 30 % Al a přísadu TiB_2 do 0,5 hm. %, byla vyrobena obloukovým tavením pod argonem a elektrostruskovým přetavením do 500-ti gramových ingotů. Materiál byl homogenizován při teplotě 1000 °C po dobu 5 hodin a dále válcován za tepla, při 600 - 1000 °C, do 0,76 mm silných plechů. Slitina obsahovala 24 % až 30 % Al a přísadu TiB_2 do 0,5 hm. %.

Tyto slitiny měly protáhlá zrna, užší než 50 μm , velikost zrna po rekrytalizaci byla 60 μm , struktura zrn byla stabilní dokonce i za vysokých teplot (≈ 1000 °C). Rozptýlení TiB_2 bylo účinné pro zpomalení růstu zrna v těchto slitinách. Ačkoli byl TiB_2 rozptýlený, zvýšil pevnost i tažnost, zatímco způsob lomu byl změněn z transkrystalického na interkrystalický [8].



1...tvářená slitina Fe_3Al , vyrobená práškovou metalurgií; 2...rekrytalizovaná Fe_3Al , vyrobená práškovou metalurgií; 3...slitina jako (1) + TiB_2 ; 4...rekrytalizovaná Fe_3Al (24 % Al) + TiB_2 v litém stavu; 5... rekrytalizovaná Fe_3Al (28 % Al) + TiB_2 v litém stavu; 6... rekrytalizovaná Fe_3Al (30 % Al) + TiB_2 v litém stavu

Obr. 10 Závislost skluzového napětí různých slitin Fe_3Al na teplotě [8]

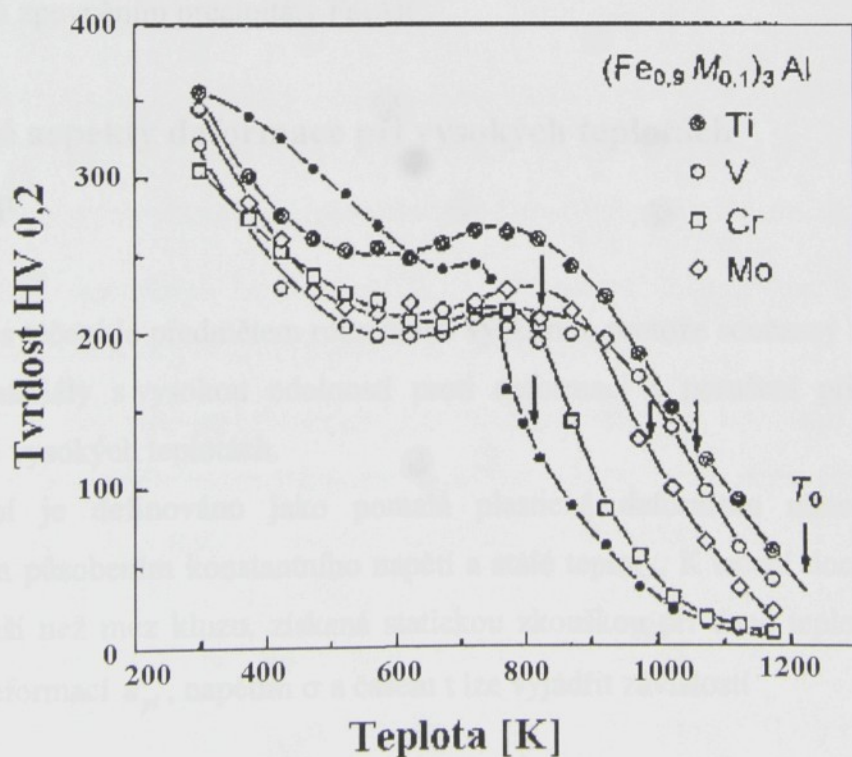
Další časté přísady, které se používají pro zlepšení vlastností intermetalik

- Bór

Přítomnost bóru vede ke vzrůstu tažnosti nezávisle na prostředí, způsobuje změnu lomu z převážně mezikrystalického lomu na transkrystalický. Tento jev se více projevuje u vyšších deformačních rychlostí ($\geq 1s^{-1}$). Tyto výsledky byly získány pro příměs 0,05% bóru [5].

- Molybden

Příměs molybdenu zvyšuje teplotu fázového přechodu B2 - D0₃-obr.11 [10]. Toto platí zhruba do 6%Mo, což je mez jeho rozpustnosti v Fe-Al. Molybden způsobuje zlepšení vysokoteplotních vlastností Fe₃Al. Molybden způsobuje zjemnění zrna [13]. S rostoucím obsahem Mo klesá tažnost za pokojové teploty, proto lze nejvhodnějších mechanických vlastností při pokojové teplotě dosáhnout vhodnou kombinací Cr a Mo. Přidání molybdenu a niobu v kombinaci s malým množstvím zirkonu způsobuje zvýšení creepové odolnosti a doby do lomu aluminidů železa [5].



Obr.11 Teplotní závislost mikrotvrdości v Fe₃Al s přísadou Ti, V, Cr a Mo [10]

- Měď

Měď byla jednou z nejdříve zkoumaných ternárních příměsí, jako stabilizátor struktury $D0_3$. U této příměsi se doufalo, že přetvoří slitinu na mnohem tažnější strukturu $L1_2$ (kubická plošně středěná mřížka), což se však neprokázalo. Měď zvyšuje mez kluzu a tvrdost, ale způsobuje zkrěhnutí v důsledku tvorby precipitátů sekundární fáze [8].

- Křemík a titan

Přidávky Si a Ti zvyšují přechodovou teplotu T_C slitiny, čímž se výrazně zvyšuje její pevnost za vyšších teplot. Substituční atomy Si v mřížce nahrazují atomy Al, atomy Ti nahrazují některé atomy Fe [9]. Protože Si zvyšuje křehkost slitiny, většinou se tato přísada nepoužívá [13].

- Uhlík

Zvyšuje tažnost při pokojové teplotě a lomovou houževnatost [14]. Zpočátku byl považován za prvek, který způsobuje křehkost intermetalických slitin. Zvýšení meze kluzu je docíleno jednak zpevněním tuhého roztoku intersticiálním uhlíkem a jednak precipitačním zpevněním precipitáty Fe_3AlC .

2.3 Některé aspekty deformace při vysokých teplotách

2.3.1 Creep

Proces tečení je předmětem rozsáhlého výzkumu, protože současný rozvoj techniky vyžaduje materiály s vysokou odolností proti deformaci a porušení při dlouhodobém namáhání při vysokých teplotách.

Tečení je definováno jako pomalá plastická deformace materiálu vyvolaná dlouhodobým působením konstantního napětí a stálé teploty. K tečení dochází při napětí, které je menší než mez kluzu, získaná statickou zkouškou při dané teplotě. Vztah mezi plastickou deformací ε_{pl} , napětím σ a časem t lze vyjádřit závislostí

$$\varepsilon_{pl} = f(t) \quad (\sigma = konst) \quad (7)$$

Teplota, při které nastává tečení, je $T \geq 0,5T_L$, kde T_L je teplota tavení kovu. Rychlost tečení je tím větší, čím je vyšší teplota a působící napětí.

Tečení, jako děj časově závislý, se zobrazuje závislostí deformace na čase, tj. *křivkou tečení* při daných podmínkách. Úplná křivka tečení se skládá ze tří charakteristických úseků.

Úsek I. Představuje primární, resp. přechodové tečení, vyznačující se ze začátku velkou a postupně zmenšující se rychlostí tečení. V této oblasti se projevuje vliv deformačního zpevnění, které způsobuje pokles rychlosti tečení.

Úsek II. Představuje lineární, resp. ustálené tečení, vyznačující se konstantní minimální rychlostí tečení.

Závislost stacionární rychlosti tečení na teplotě se vyjádří Arrheniovým vztahem

$$\dot{\varepsilon}_s = A \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right), \quad (8)$$

kde Q je aktivační energie plastické deformace,

R – plynová konstanta

T – teplota

Úsek III. Představuje terciální, resp. urychlené tečení, vyznačující se postupným vzrůstem rychlosti tečení a končí lomem [15].

V oblasti teplot do teploty $0,5T_L$ (teploty tání), v tzv. podcreepové oblasti, klesají hodnoty $R_{p0,2}$, R_m a rostou hodnoty A a Z . Jako výpočtová kritéria pro tuto oblast slouží hodnoty mechanických vlastností získané tahovou zkouškou při příslušné teplotě.

V oblasti teplot nad teplotou $0,5T_L$, v tzv. oblasti tečení, dochází k výraznému tečení, které se prakticky posuzuje mimo jiné těmito kritérii:

Když je při tečení rozhodující porušení, posuzuje se odolnost materiálu proti porušení při tečení podle meze pevnosti při tečení. Mezní pevnost při tečení představuje napětí, které při dané teplotě způsobí porušení za stanovený čas. Toto kritérium se označuje R_{TP} . Uplatňuje se především pro potrubí a tlakové nádoby tepelných zařízení v energetice, chemickém a hutnickém průmyslu, v motorech apod.

Když je při tečení určující velikost plastické deformace, materiál se posuzuje z hlediska odolnosti proti deformaci při tečení a jako kritérium se použije mez tečení. Mez tečení je napětí, které způsobí při dané teplotě stanovenou trvalou deformaci za stanovený čas. Označuje se R_T . Používá se v případech, kdy změna rozměru části způsobená tečením

materiálu mohla během dlouhodobého namáhání dosáhnout kritickou hodnotu a způsobit funkční poškození zařízení. Zejména se jedná o lopatky turbín, kompresory apod. [15].

Znalosti o creepu aluminidů železa lze shrnout takto: většina měření byla provedena ve fázové oblasti B2. Creepová odolnost binární slitiny Fe_3Al je malá, což lze přisuzovat snadnému lomu podél hranic zrn vlivem tahového napětí [16,17]. Přidáním legujících prvků [18-20] jako Nb, Mo, Zr, a W lze prodloužit dobu do lomu a snížit minimální creepovou rychlost. Pro uvedené komplexní slitiny [20-22] je možné zlepšit creepovou pevnost změnou podmínek tepelného zpracování. Zlepšení bylo také dosaženo přítomností precipitátů.

Tab. 8 - Shrnutí creepových parametrů [22,23]

Slitiny	n	Q [kJ/mol]
B2		
Fe-27,6Al (873-948K)	2.7 - 3.4	375
Fe-28,7Al-2,5Cr (873-948K)	3.5 - 3.8	325
Fe-27,2Al-3,6Ti (898-948K)	3.4 - 3.7	375
D0₃		
Fe-27,6Al (753-813K)	4.5 - 5.0	276
Fe-28,7Al-2,5Cr(773-813K)	5.5 - 5.6	
Fe-27,2Al-3,6Ti(823-873K)	4.0 -4.3	217

V poslední době se creepem slitin na bázi Fe_3Al zabývali R.S.Sundar a kol [22,23], a to v obou fázových oblastech B2 a D0₃. Použili při tom metody vtlačování indentoru v rozsahu tlaku od 100 do 500 MPa. Z hodnot n a Q zjištěných při creepových testech (Tab. 8) usuzují, že při nízkých napětích je creep kontrolován viskozním skluzem dislokací. Kromě elastické interakce mezi příměsovým atomem a dislokací v neuspořádaných systémech se v uspořádaných systémech uplatňuje tření spojené s uspořádáním, a defekty spojené s odchylkami od stechiometrie. Pozorované aktivační energie ve fázovém poli B2 jsou blízko k hodnotám aktivační energie dif. atomů Al v B2 fázi Fe_3Al . Hodnoty jsou stěží porovnatelné s dalšími daty, jelikož autoři použili nestandardní podmínky během testu.

Měření creepu na slitině Fe_3Al provedli McKamey a kol. [20,21], kteří studovali chování slitiny Fe-28Al-5Cr s přísadami Mo, Nb, Zr, C a B. Prokázali, že creepová pevnost

je silně závislá na mikrostruktuře. Creepovou odolnost této slitiny lze zlepšit rozpouštěcím žiháním při 1150°C a následným ochlazením na vzduchu. Zpevnění bylo způsobeno jemnými precipitáty Nb a Zr v matici a podél hranic zrn. Lepší výsledky byly dosaženy u vzorků, které byly ochlazeny v oleji po rozpouštěcím žihání. Získali přitom extrémní hodnoty napětového exponentu n (10-20) a hodnoty aktivační energie Q byly 350 a 590 kJ/mol pro zkoušky tečení (200-250MPa) při 600 a 650°C. Minimum rychlosti tečení bylo mezi $10^{-8} - 10^{-10} \text{ s}^{-1}$.

2.3.2 Superplasticita

Superplastické chování se většinou pozoruje u materiálů s pravidelným jemným zrnem a velikostí menší než 10 μm . Superplasticita intermetalických látek byla poprvé pozorována v roce 1987 ve slitinách Ni_3Al [24] a od té doby byla zjištěna u mnoha různě uspořádaných slitinách jako Ni_3Si , TiAl aj. Maximální tažnosti byly sledovány v širokém rozsahu – např. $A = 710\%$ ve slitině Ni-Si-V-Mo [25], 160% v jednofázové slitině Ni_3Al [26], 1350% ve slitině Ti-Al-Nb-V-Mo [27]. Superplastické chování bylo většinou pozorováno při velmi vysoké teplotě (většinou blízko $0,9 T_L$) s parametrem rychlostní citlivosti napětí m v rozsahu $0,4 \div 1$ [25, 26, 27]. Slitiny FeAl a Fe_3Al se liší od intermetalických látek výše zmíněných v důležitém bodě, projevují totiž superplastické chování při velikosti zrna větší než 100 μm . Maximální tažnost je obvykle pod 300% a parametr rychlostní citlivosti napětí $m \approx 0,3$ [28-31].

Nedávná měření superplasticity hrubozrnné slitiny (s velikostí zrna 150 μm) Fe_3Al prováděli Gao a kol [32], kteří zkoumali slitinu $\text{Fe-28,9Al-5Cr-0,5Nb-0,01C}$. Dosáhli maximální prodloužení 254% při 850°C při počáteční rychlosti deformace $8,4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. hodnotu parametru $m = 0,35$ při 850°C. Tato hodnota je blízko k hodnotám ve slitinách Fe_3Al [28-31]. Struktura deformovaných vzorků se vyznačovala subzrny s malouhlovými hranicemi a vysokou hustotou dislokací uvnitř subzrn. Autoři předpokládají, že k deformaci dochází pohybem dislokací a ne skluzem podél zrn [32].

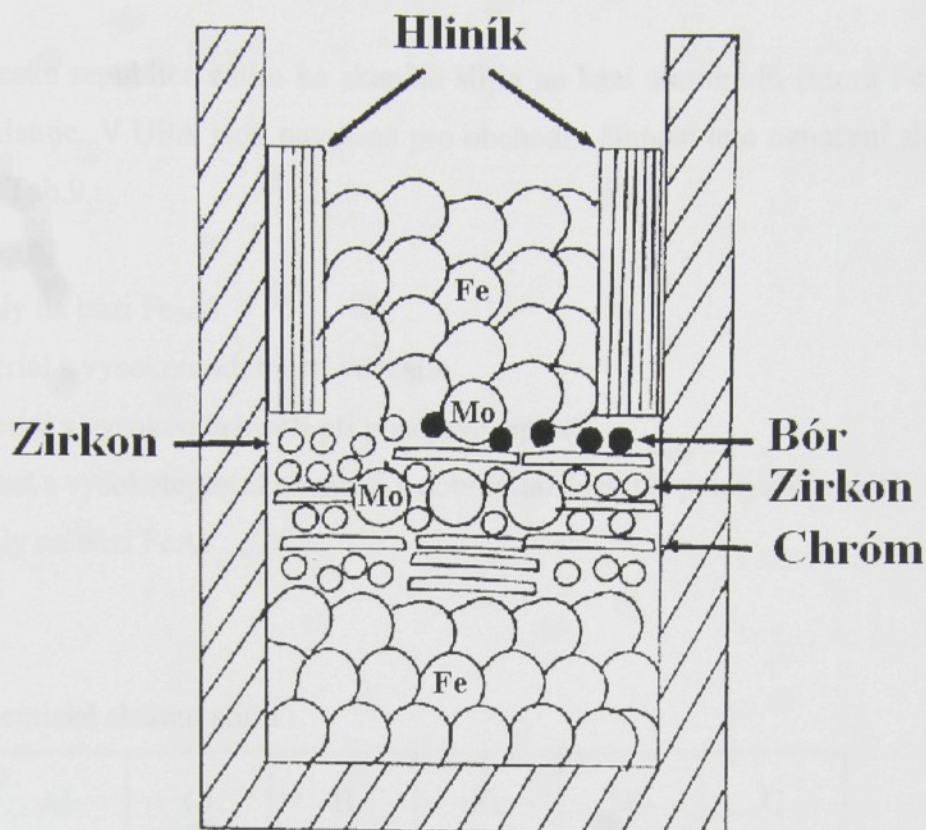
2.4 Výroba slitin na bázi aluminidu železa

Vznik Fe_3Al ze základních prvků železa a hliníku představuje exotermickou reakci. Konvenční způsob roztavení železa a přidání hliníku způsobuje vzrůst teploty taveniny o několik stovek stupňů. To způsobí prodloužení doby tavení, tím se zvýší oxidace taveniny, což vede k obtížnému nastavení požadovaného složení z důvodu oxidace prvků.

Slitiny na bázi Fe - Al je možné tavit v indukčních pecích na vzduchu (AIM – air induction melting) nebo ve vakuu (VIM – vacuum induction melting), ve vakuových obloukových pecích (VAR – vacuum arc remelting), nebo v pecích s ochrannou atmosférou (VADER- vacuum arc-double electrode remelting) a elektrostruskovým přetavováním (ESR – electroslag remelting). AIM je nejehospodárnější technika, ale může být použita, jen v případě jestliže se ochranná struska vytvoří snadno na roztaveném kovu. Vysoký obsah hliníku v těchto slitinách podporuje rychlý vznik souvislého filmu Al_2O_3 , který brání jakémukoliv přechodu kyslíku nebo dusíku ze vzduchu do roztaveného kovu. Aluminidy železa jsou velmi citlivé na pohlcování vodíku během tavení, protože roztavený vodík může způsobit velkou pórovitost v odlitku. Velké šarže ($\approx 250\text{kg}$) vyrobené procesem AIM vykázaly dobrou kvalitu povrchu, ale obsahují určitou pórovitost, přičítanou reakci hliníku v tavenině s vlhkostí ve vzduchu nebo vlhkostí pohlcenou materiálem vsázky [8]. K zabránění pórovitosti a k řízení mikrostruktury se doporučují vakuové technologie tavení, jako jsou VIM a VAR. Jako nejvýhodnější pro aluminidy železa se ukázalo indukční tavení ve vakuu, které však výrazně zvyšuje výrobní náklady [14].

V ORNL vyvinuli úpravu geometrie vsázky používanou pod chráněnou značkou ExoMelt – obr.12. Při tom se využívá exotermická reakce při vzniku Fe_3Al k dosažení lici teploty s minimální oxidací [33]. Výhody jsou : úspora poloviny času a poloviny až dvou třetin energie oproti konvenčním metodám tavení, a tím snížení nákladů až na polovinu. Při této metodě dochází v menší míře k tvoření oxidů a vměstků.

Dále při lití ingotů je nutno dodržet přesné chemické složení a omezit vlivy okolí při výrobě. Jelikož má Fe_3Al nízkou tepelnou vodivost, jsou slitiny náchylné k praskání při rychlých změnách teploty během tuhnutí a ochlazování i při a po tepelném zpracování [8]. Často se používá prášková metalurgie. Ta se v oblasti kovů a jejich slitin v České republice nepoužívá.



Obr. 12 ExoMelt [33]

Dobrá tvařitelnost vyžaduje materiál s malými rovnoosými zrný. Ta lze získat prakticky jen velkým přetvářením při vysokých teplotách s eventuálním následujícím rekrytalizačním žiháním. Proto se odlitky slitin na bázi Fe_3Al většinou tváří za tepla (válcování, kování, protlačování) při teplotách 600-1100°C. Tak lze získat tyče, dráty, plechy a trubky. Bezešvé trubky z aluminidu železa lze vyrobit třemi metodami zpracování: odstředivým litím z kapalného kovu, rotačním prorážením tyče za tepla a protlačováním za tepla tyče přes trn [8].

Vhodným tepelným zpracováním po tváření lze získat optimální mechanické vlastnosti slitin na bázi Fe_{28}Al jako je vysoká pevnost s velkou tažností. Při vhodně zvolené teplotě a době žihání dojde k zotavení dislokační struktury vzniklé po tváření a vzniku vhodné kombinace uspořádaných struktur B2 a D0_3 . Nejvhodnější je kombinace vysokoteplotní deformace (až 1300°C) a žihání ukončené na teplotě 700°C.

2.5 Vybrané vlastnosti aluminidů železa (dle označení USA)

V České republice zatím ke skupině slitin na bázi aluminidů železa Fe_3Al a FeAl norma neexistuje. V USA jsou navržena pro obchodní činnost tato označení slitin, jejichž složení je v Tab.9 :

Pro materiály na bázi Fe_3Al

FAS – materiál s vysokou odolností vůči síře

FAL – materiál s vysokou tažností při pokojové teplotě

FA-129 – mat s vysokoteplotní pevností a dobrou tažností při pokojové teplotě

Pro materiály na bázi FeAl

FA-385

Tab. 9 - Chemické složení slitin

Složení (hm/at%)	Al	Cr	B	Zr	Nb	C
FAS	16/28	2,2/2,0	0,01/0,04	-	-	-
FAL	16/28	5,5/5,0	0,01/0,04	0,15/0,08		
FA-129	16/28	5,5/5,0	-	-	1,0/0,5	0,05/0,2

Kromě těchto aditiv jsou známy také pozitivní účinky molybdenu, titan a céru.

V tabulkách 10 a 11 jsou vybrané mechanické a fyzikální vlastnosti těchto slitin.

Tab. 10 - Mechanické vlastnosti vybraných slitin

	Mez kluzu [MPa]	Pevnost [MPa]	Tažnost [%]	Tvrdost HV10
FA-129				
20°C	400	824	14	280
200°C	350	1000	30	
600°C	340	460	40	
FA-385				
20°C	370	600	6	
200°C	360	680	8	
600°C	300	380	20	

Tab. 11 - Fyzikální vlastnosti

Tepelná vodivost [W/m*K]				
	200°C	400°C	600°C	800°C
Fe28Al5Cr	13,5	15,8	17,8	19,4
Tepelná roztažnost [10 ⁻⁶ K ⁻¹]				
FA-129	15,9	17,9	20,4	21,8
Fe39Al (FA-385)	19,0	20,3	21,1	22,2

Doporučované teploty pro tváření a tepelné zpracování

Kování volné nebo v zápustce	100-700°C	kalení do oleje
Lisování za tepla	1140°C	kalení do oleje
Válcování	900-650°C	kalení do oleje

Finální tepelné zpracování je ve většině případů 2 hodiny při 700°C (s kalením do oleje). Vzniká směs struktur B2 a D0₃ s doposud optimálními vlastnostmi pro další použití výrobku v jakékoliv pozici. Pro dotvoření transformace na D0₃ se pak může žíhat při 480-520°C.

Tab. 12 - Chemické složení zkoumaných materiálů, Fe-zliavin

	Al [at.%]	Cr [at.%]	Mn [at.%]	Ti [at.%]	S [at.%]	C [at.%]
rožka	30,2	3,9	0,2	0,9	1,8	0,02
rožka	28,9	3,6	0,2			0,02
rožka	28,44	2,64	0,4			0,02

3. Experimentální metodika

3.1 Příprava slitin

Slitiny, jejichž složení je uvedeno v Tab. 12, byly připraveny v indukčních pecích ve vakuu řádu 10^{-1} Pa a odlity v téže peci pod argonovou atmosférou (VÚK, s.r.o Panenské Břežany). Pro výrobu polotovarů bylo použito tváření materiálu za tepla (válcování nebo protlačování).

Pro dopředné protlačování byly připraveny ingoty mající průměr 117 mm resp. 137 mm. Po předvrtání byly tyto ingoty protlačovány (FERRA a.s. v Hrádku u Rokycan) při teplotě 1140°C na trubku 30x6 mm v případě přísady titanboridu a na trubku 52x7 mm v případě céru a poté volně chlazeny. Při lisování došlo k redukci průřezu o 96%, resp. o 92%.

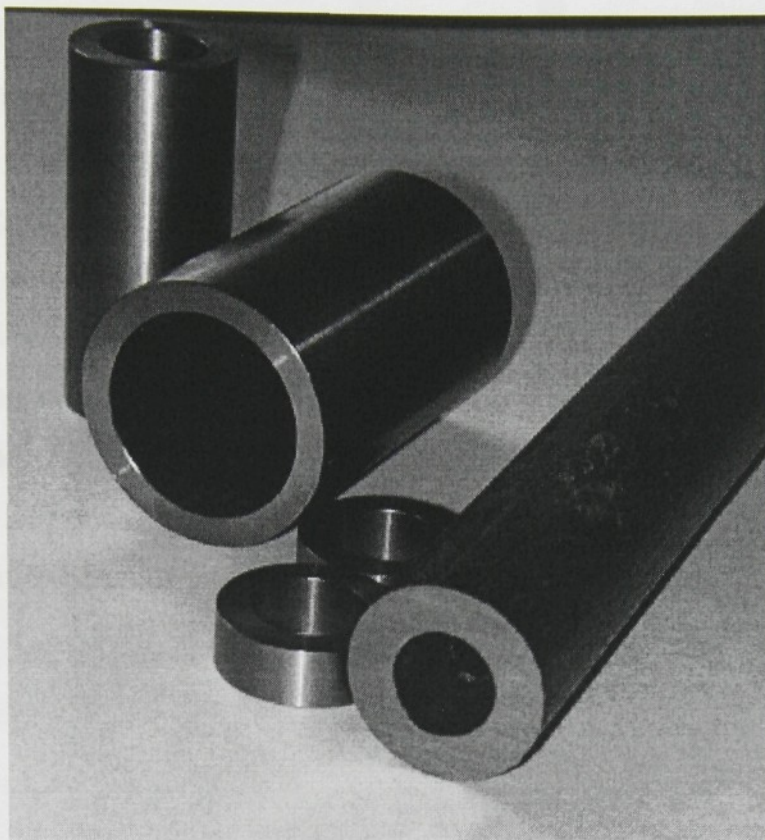
Plechy byly získány válcováním (VÚK, s.r.o Panenské Břežany) při teplotě 1100°C. Ingot počáteční tloušťky 40 mm byl postupnými úběry 2-4 mm s několika meziohřevy válcován na konečnou tloušťku 13 mm. Vyrobený plech byl z teploty 1100°C kalen do oleje.

Stabilita struktury a mechanických vlastností materiálu se dosahuje žíháním při teplotě 700°C po výdrži dvou hodin a poté se kalí do oleje [4]. Tímto způsobem byly zpracovány všechny vzorky v popisovaných experimentech s výjimkou creepových zkoušek.

Tab.12 - Chemické složení zkoumaných materiálů, Fe-základ

	Al [at.%]	Cr [at.%]	Mn [at.%]	Ti [at.%]	B [at.%]	Ce [at.%]
trubka	30,2	3,9	0,2	0,9	1,8	
trubka	28,9	3,6	0,2			0,1
plech	28,44	2,64	0,4			0,02

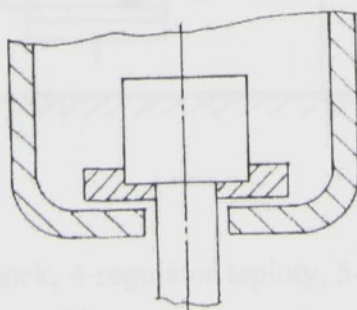
Vzorky byly z polotovarů výchozího materiálu odřezávány metalografickou rozbrušovací pilou MTH, vždy rovnoběžně se směrem tváření (protlačování, válcování). Z takto připravených polotovarů byly obrobena vzorky pro experimenty.



Obr. 13 Protlačené trubky před a po obrábění

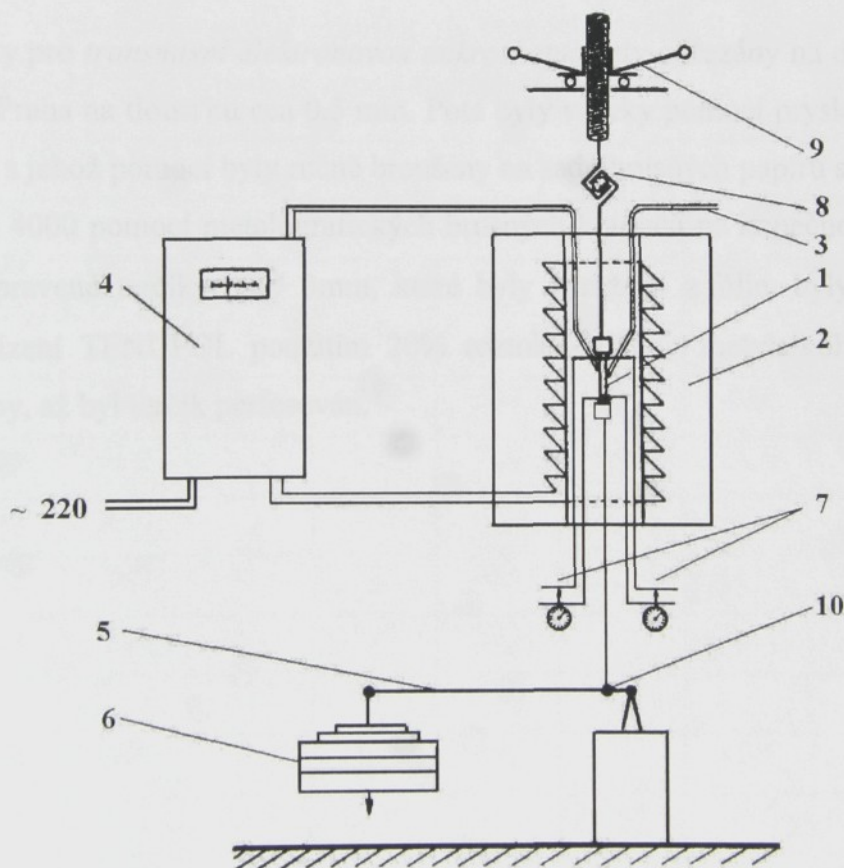
3.2. Způsoby deformace

Tahové zkoušky byly prováděny na přístroji INSTRON 1195 se zavěšenou pecí. Zkušební tyče kruhového průřezu s hladkými hlavami jsou uchycené dle obr. 14. Měřená délka pro počáteční průměr 3mm je 15mm resp. 30mm. Deformace na vzduchu byla prováděna u vzorků s titanboridem počáteční rychlostí 10^{-3} s^{-1} a u vzorku s cérem rychlostmi 10^{-2} s^{-1} a 10^{-4} s^{-1} . Zkoušky byly provedeny v teplotním rozsahu 20-900°C.



Obr. 14 Uchycení tyčky s hladkou hlavou

Zkoušky tečení byly provedeny na strojích konstrukce SVÚM na vzduchu při stálém zatížení-*obr. 15*. Zkoušky se provádějí při konstantní teplotě a konstantním jmenovitém napětí, tj. napětí, vztáženém na počáteční průřez tyče. V průběhu zkoušky se měří postup deformace a čas do porušení. Zkušební tyče byly vyrobeny s měrným průměrem a délkou $\varnothing 5 \times 25 \text{ mm}$ se závitovými hlavami M12, jejichž podélná osa byla rovnoběžná se směrem válcování. Rozsah zatížení byl 5 - 100 MPa pro 600 - 900°C a 100 - 200 MPa pro 500°C. Podle normy ČSN 420351 se nesmí teplota na měrné délce tyče odchylovat o více než $\pm 3^\circ\text{C}$ do teploty 600°C, v rozmezí 600 ÷ 800°C o $\pm 4^\circ\text{C}$ a do teploty 1000°C o $\pm 6^\circ\text{C}$. Deformace byla měřena analogovým průtahoměrem s přesností 10 μm .



1-zkušební tyč, 2-pec, 3-termočlánek, 4-regulátor teploty, 5-páka, 6-závaží, 7-extenzometr, 8-kulový závěs, 9-napínací matice, 10-kloubové zakotvení táhla

Obr.15 Schéma stroje pro zkoušky tečení [35]

3.3 Příprava vzorků pro mikroskopii

Vzorky pro *metalografické pozorování* byly lisovány do dentakrylu pomocí přístroje Simplimet 2, firmy Buehler, jenž působí současně tlakem i teplotou. Zalisované vzorky byly (ručně) broušeny na sadě brusných papírů se zrnitostí 800, 1200, 2000 a 4000 pomocí metalografických brusných kotoučů.

Leštění vzorků probíhalo na speciálním kotouči potaženém leštící tkaninou pomocí jemné diamantové leštící pasty. Následovalo doleštění a leptání speciální kombinovanou emulzí OP-S, firmy Struers, kde je leptací účinek vyvozen působením chemické emulze a současně mechanickým obrušováním.

V některých případech bylo použito i chemické leptání. ($\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}:\text{HNO}_3:\text{HF}$ v poměru 9:5:3:2)

Vzorky pro *transmisní elektronovou mikroskopii* byly odřezány na diamantové pile na UK MFF Praha na tloušťku cca 0,5 mm. Poté byly vzorky pomocí pryskyřice přilepeny na přípravek, s jehož pomocí byly ručně broušeny na sadě brusných papírů se zrnitostí 800, 1200, 2000 a 4000 pomocí metalografických brusných kotoučů na konečnou tloušťku cca 0,1 mm. Připravené terčíky o $\varnothing$ 3mm, které byly vyražené z fólie, byly elektrolyticky leštěny v zařízení TENUPOL použitím 20% roztoku HNO_3 v metylalkoholu při teplotě -30°C do doby, až byl terčík perforován.

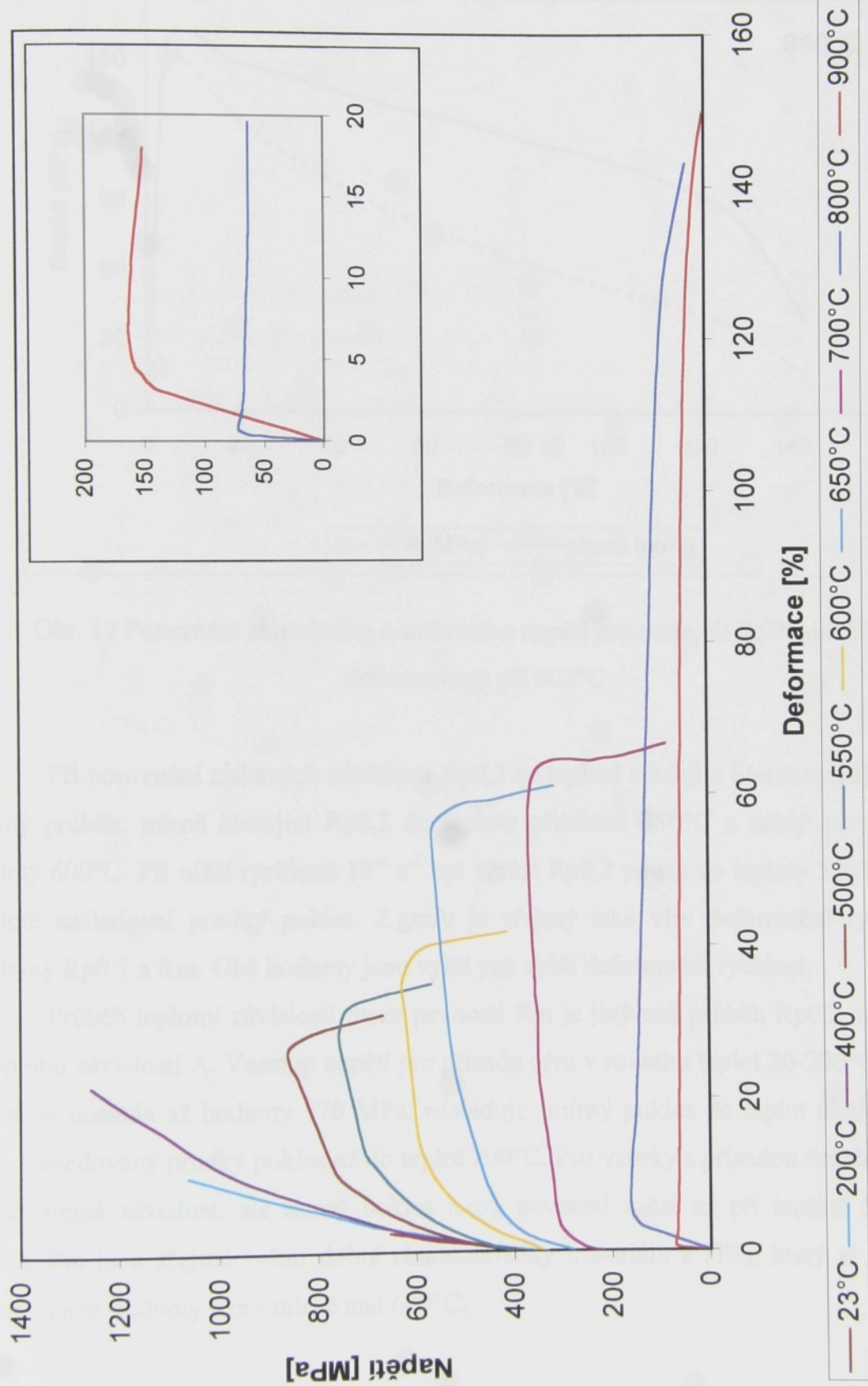
4. Výsledky

4.1. Tahová zkouška

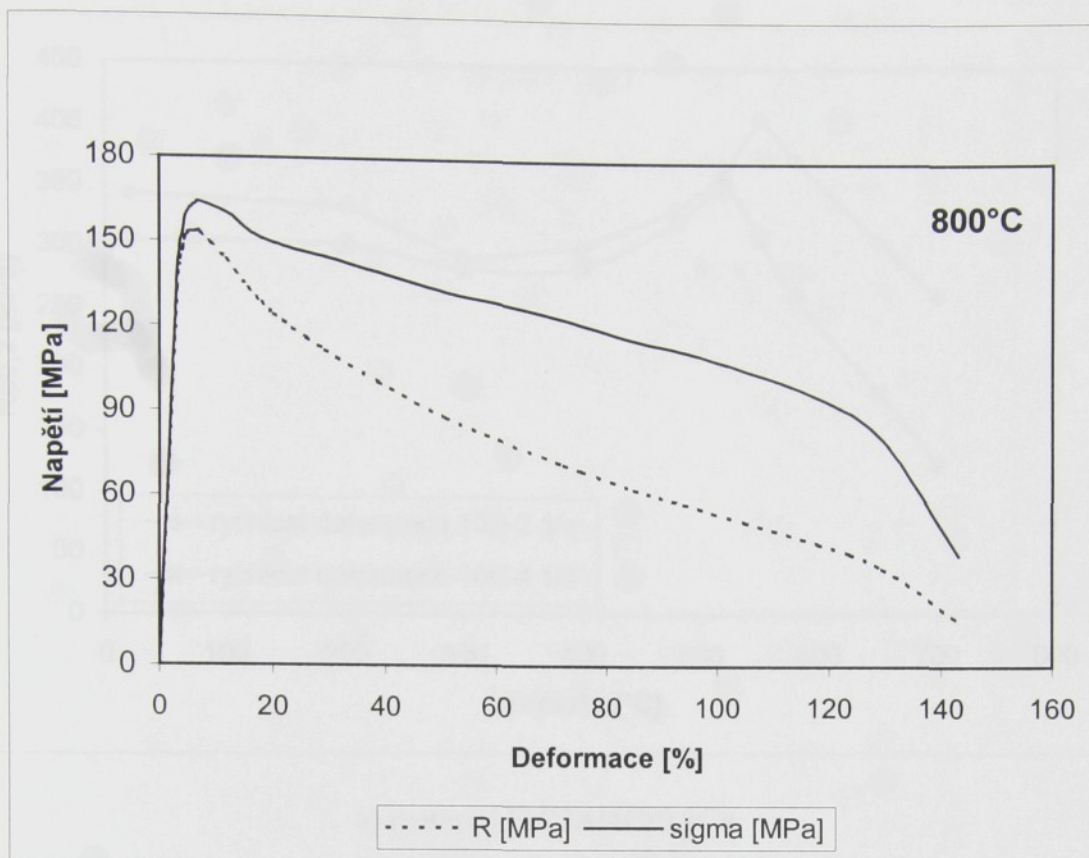
Zkušební tyče pro deformaci v tahu jsou vyrobeny z trubek. Vzorky byly před deformováním žilány při 700°C a kaleny do oleje. Tahová zkouška s vyhodnocením meze kluzu $R_{p0,2}$, meze pevnosti R_m a tažnosti A byla provedena v rozsahu teplot 20-900°C. Jako příklady jsou na obr. 16 tahové křivky pro materiál Fe28Al4CrTiB₂ pro rychlost deformace 10^{-3} s^{-1} . Souhrnně jsou výsledky pro oba materiály s uvedením použitých rychlostí v tabulce 13. Závislosti $R_{p0,2}$, R_m a tažnosti na teplotě jsou na obr. 18, 19 a 20. Rozdíly mezi jmenovitým a skutečným napětím jsou nepatrné (obr. 17). V následujících grafech jsou jmenovité hodnoty. Na obr.21 jsou zkušební tyčky materiálu Fe28Al4CrTiB₂ před deformací a po deformaci.

Tab.13 Výsledky tahových zkoušek při různých teplotách zatěžování zkušebních těles slitiny Fe-28Al-4Cr s přísadami céru a titanboridu

Teplota [°C]	Rp0,2 [MPa]			Rm [MPa]			A[%]		
	cér		TiB ₂	cér		TiB ₂	cér		TiB ₂
Rychl. [s ⁻¹]	10 ⁻²	10 ⁻⁴	10 ⁻³	10 ⁻²	10 ⁻⁴	10 ⁻³	10 ⁻²	10 ⁻⁴	10 ⁻³
20	343	305	361	574	384	693	8,6	6,5	3,2
200	334	303	332	768	740	1064	13,6	20,9	11,2
300	293	284		732	653		17,4	12,8	
400	302	287	356	720	655	1259	18,7	21,4	22,0
480	334	325		594	533		14,7	20,7	
500			377			858			31,1
520	364	352		582	442		15,5	20,0	
550	410	311	392	574	392	758	16,6	17,4	35,2
580	375	261		503	339		15,6	21,1	
600			337			630			42,0
650	308	184	279	389	212	567	17,6	49,7	61,2
700	263	125	218	300	138	361	28,3	58,7	66,7
800			144			159			143
900			71			72			150



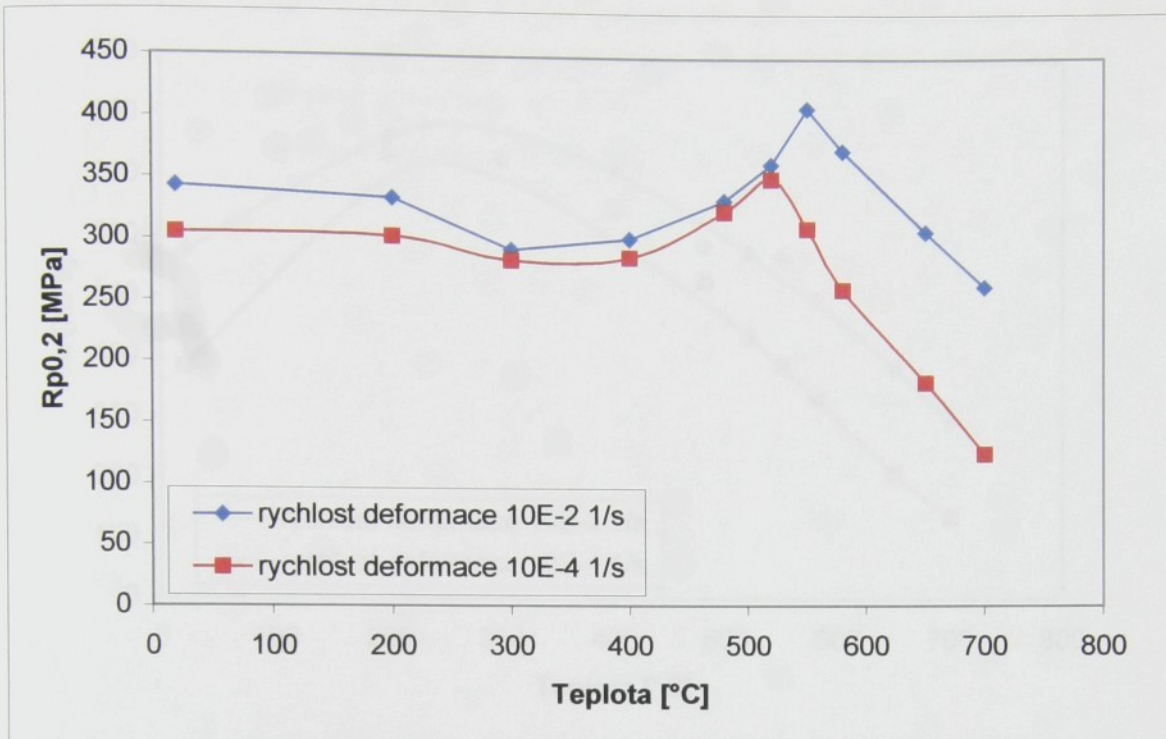
Obr. 16 Výsledky tahových zkoušek pro materiál Fe₂₈Al₄CrTiB₂



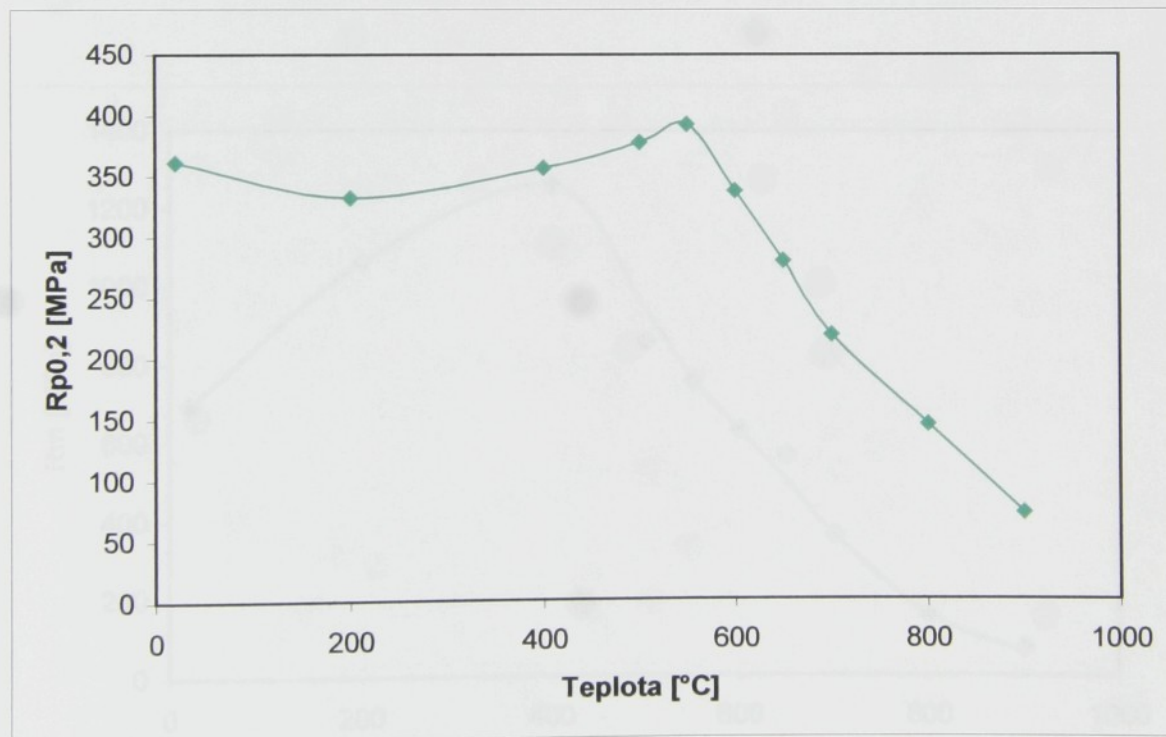
Obr. 17 Porovnání skutečného a smluvního napětí pro materiál $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{CrTiB}_2$ deformovaný při 800°C

Při porovnání získaných závislosti $R_{p0,2}$ na teplotě s údaji z literatury [6] je zřejmý stejný průběh: mírně klesající $R_{p0,2}$ do teploty přibližně 350°C a náhlý vzestup až do teploty 600°C . Při nižší rychlosti 10^{-4} s^{-1} byl vzrůst $R_{p0,2}$ pouze do teploty 520°C . Po této teplotě následoval prudký pokles. Z grafu je zřejmý také vliv deformační rychlosti na hodnoty $R_{p0,2}$ a R_m . Obě hodnoty jsou vyšší pro vyšší deformační rychlost.

Průběh teplotní závislosti meze pevnosti R_m je jiný než průběh $R_{p0,2}$, což souvisí s teplotní závislostí A . Vzestup napětí pro přísadu céru v rozsahu teplot 20 - 200°C , kde mez pevnosti dosáhla až hodnoty 770 MPa , následuje mírný pokles do teplot okolo 450°C a pak následovaný prudký pokles až do teplot 700°C . Pro vzorky s přísadou titanboridu platí téměř stejná závislost, ale mírný pokles meze pevnosti začal až při teplotě 500°C . Na křivce R_m jsou zřejmé velmi dobré charakteristiky materiálu s TiB_2 , který si zachovává dobré užité hodnoty R_m i mírně nad 600°C .

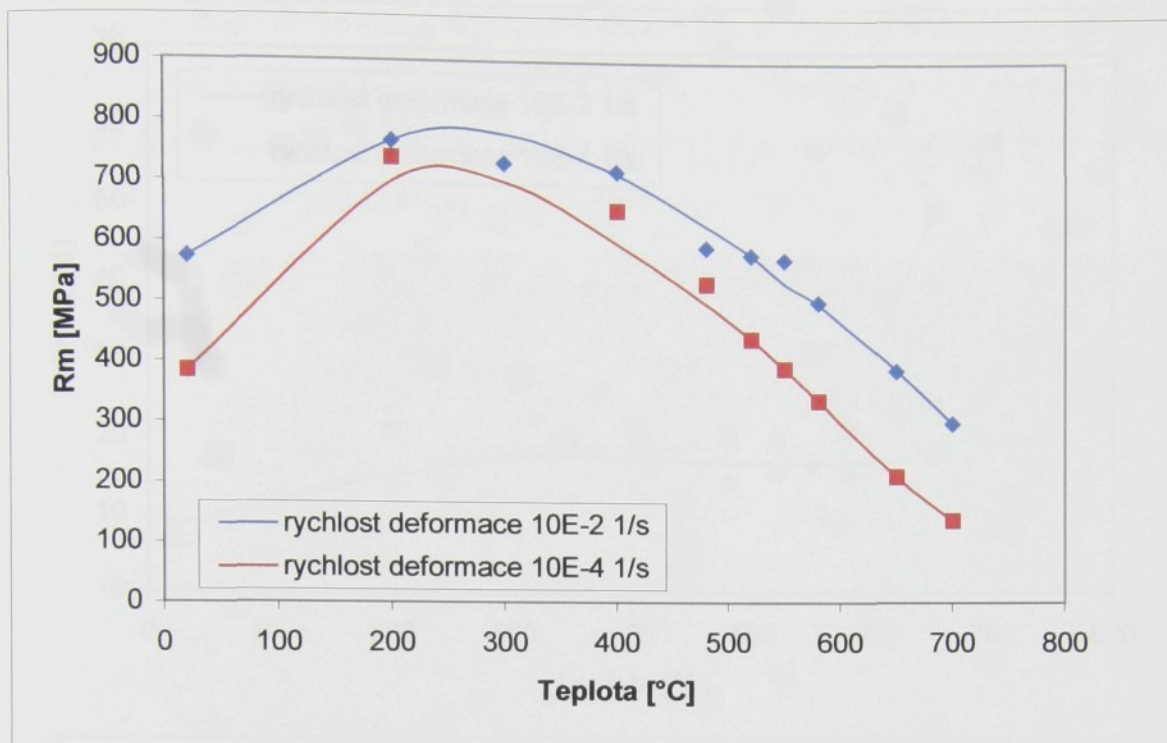


a) materiál Fe28Al4Cr0,1Ce

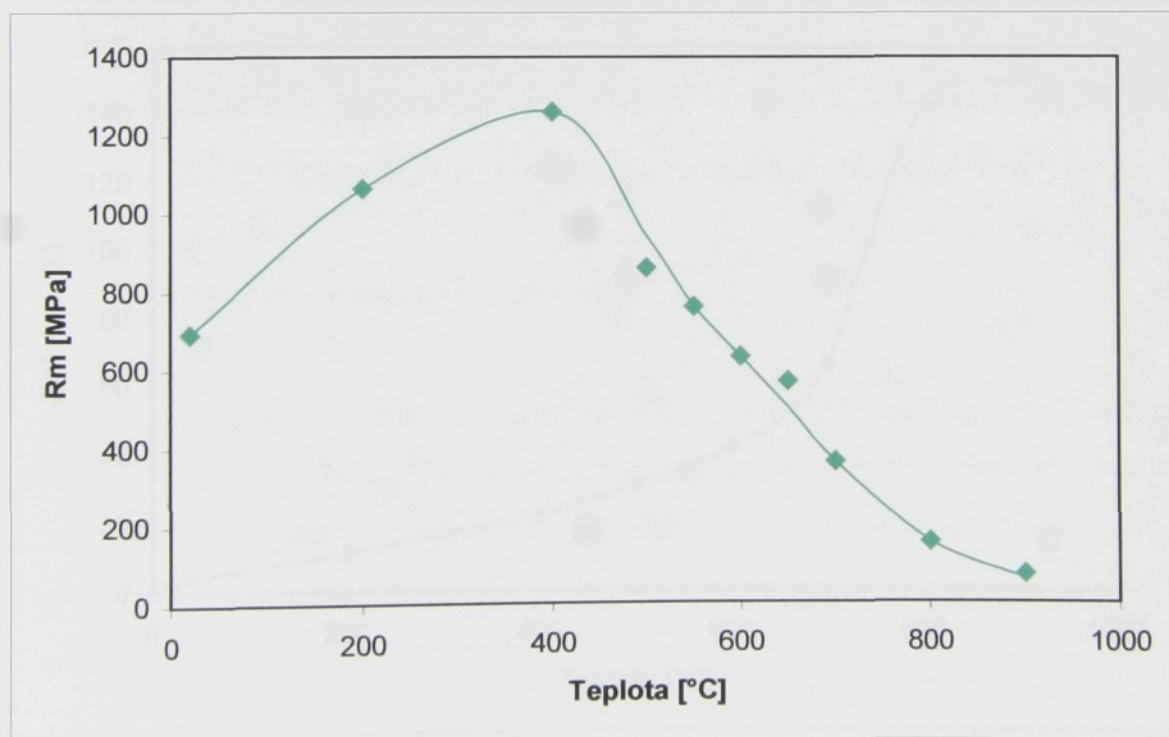


b) materiál Fe28Al4Cr1TiB₂

Obr.18 Závislost meze kluzu na teplotě

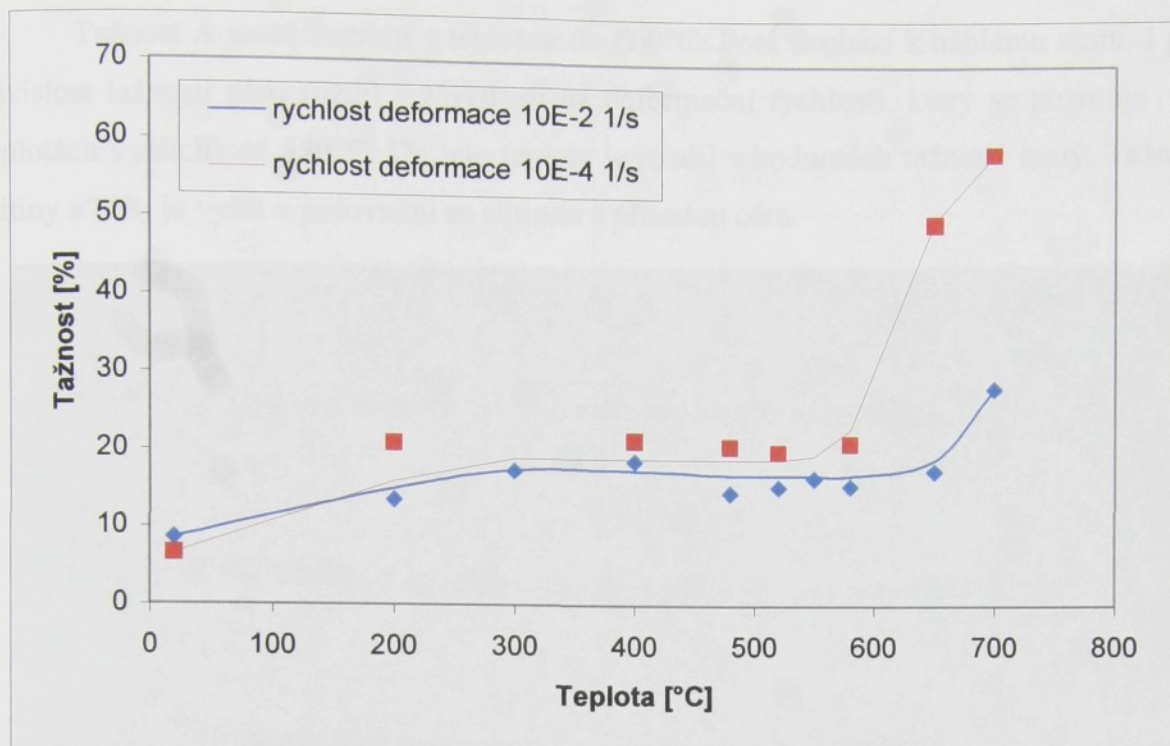


a) materiál Fe28Al4Cr0,1Ce

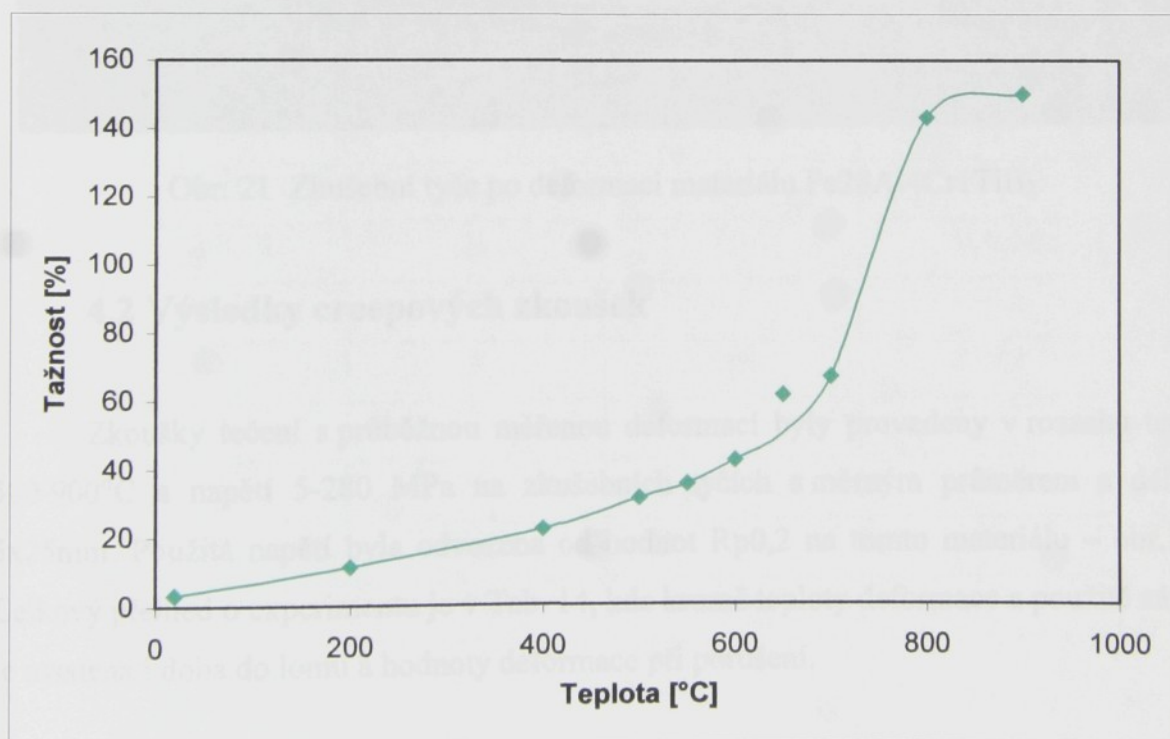


b) materiál Fe28Al4Cr1TiB₂

Obr. 19 Závislost meze pevnosti na teplotě



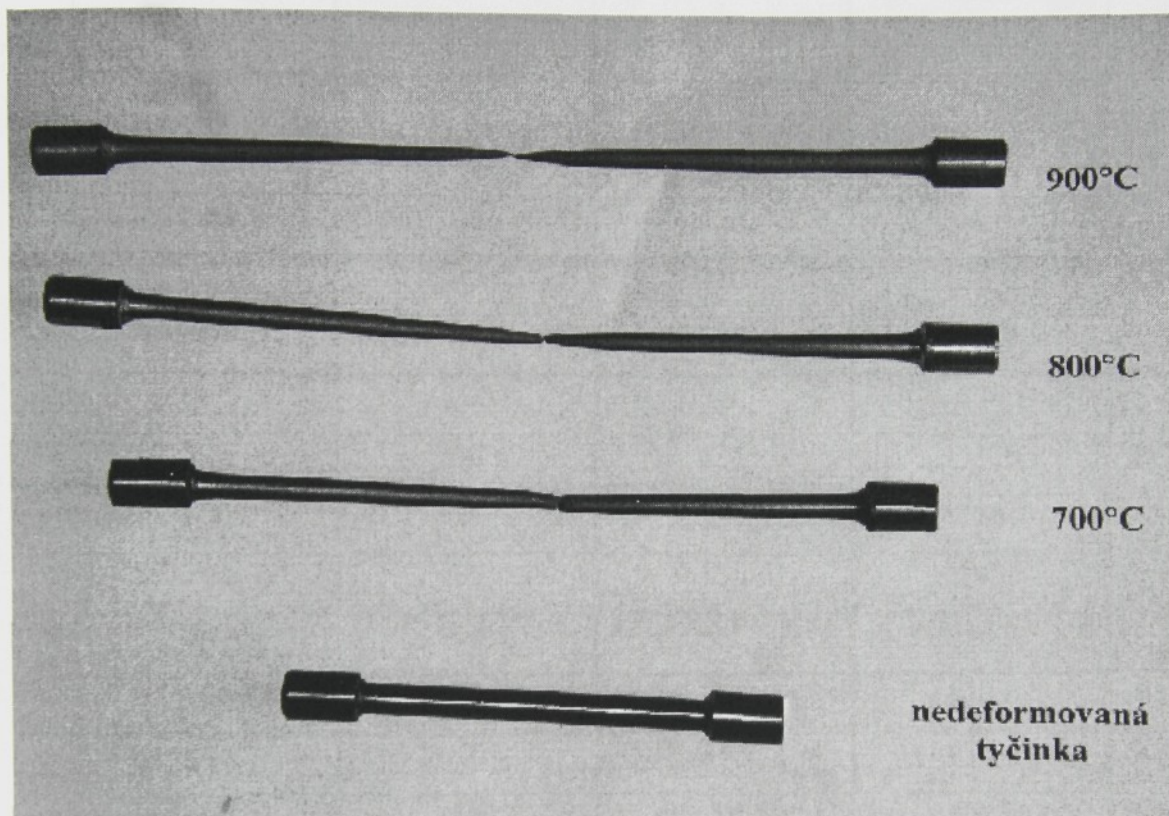
a) materiál Fe28Al4Cr0,1Ce



b) materiál Fe28Al4Cr1TiB₂

Obr.20 Závislost tažnosti na teplotě

Tab. 1 Tažnost A roste lineárně s teplotou do 600°C. Poté dochází k náhlému růstu. I pro závislost tažnosti platí rozdíl v závislosti na deformační rychlosti, který se pozoruje při teplotách vyšších než 580°C. Do této teploty je rozdíl v hodnotách tažnosti malý. Tažnost slitiny s TiB_2 je vyšší v porovnání se slitinou s přísadou céru.



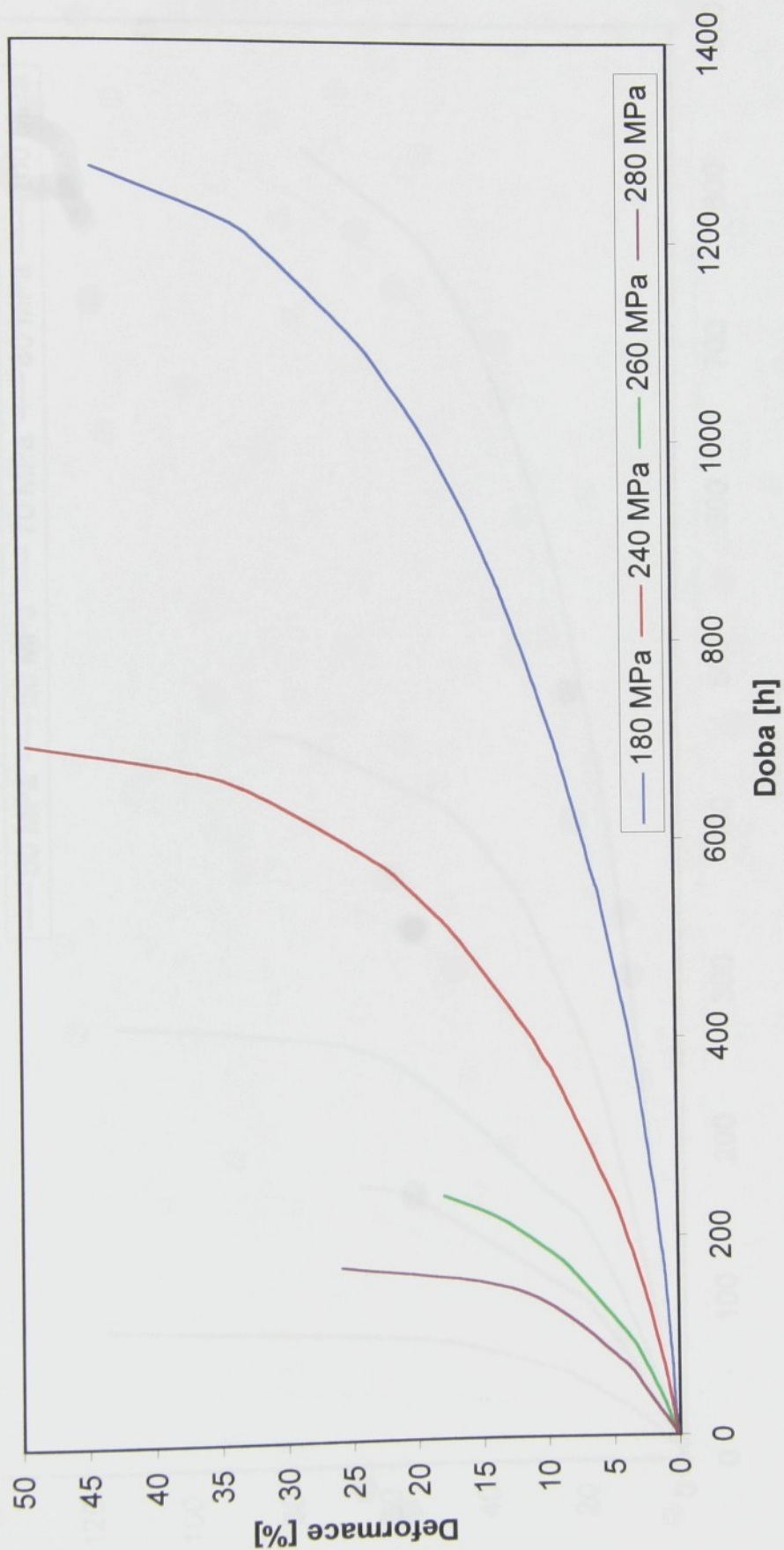
Obr. 21 Zkušební tyče po deformaci materiálu $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{Cr}_1\text{TiB}_2$

4.2 Výsledky creepových zkoušek

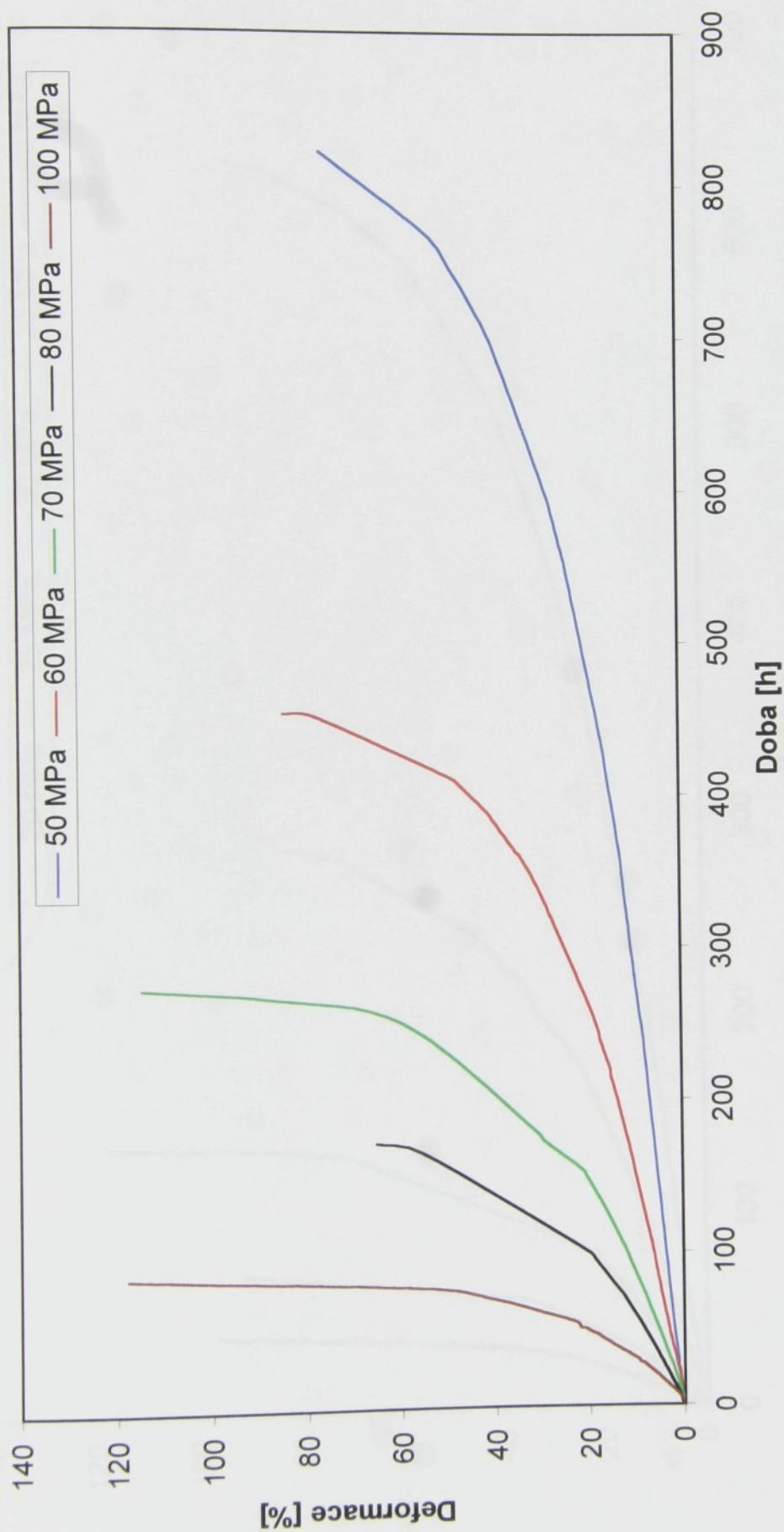
Zkoušky tečení s průběžnou měřenou deformací byly provedeny v rozsahu teplot 500-900°C a napětí 5-280 MPa na zkušebních tyčích s měrným průměrem a délkou 5x25mm. Použitá napětí byla odvozena od hodnot $R_{p0,2}$ na tomto materiálu – obr.18a. Celkový přehled o experimentu je v Tab. 14, kde kromě teploty deformace a použité zátěže je uvedena i doba do lomu a hodnoty deformace při porušení.

Tab. 14 Výsledky creepových experimentů , t_F – doba zkoušky

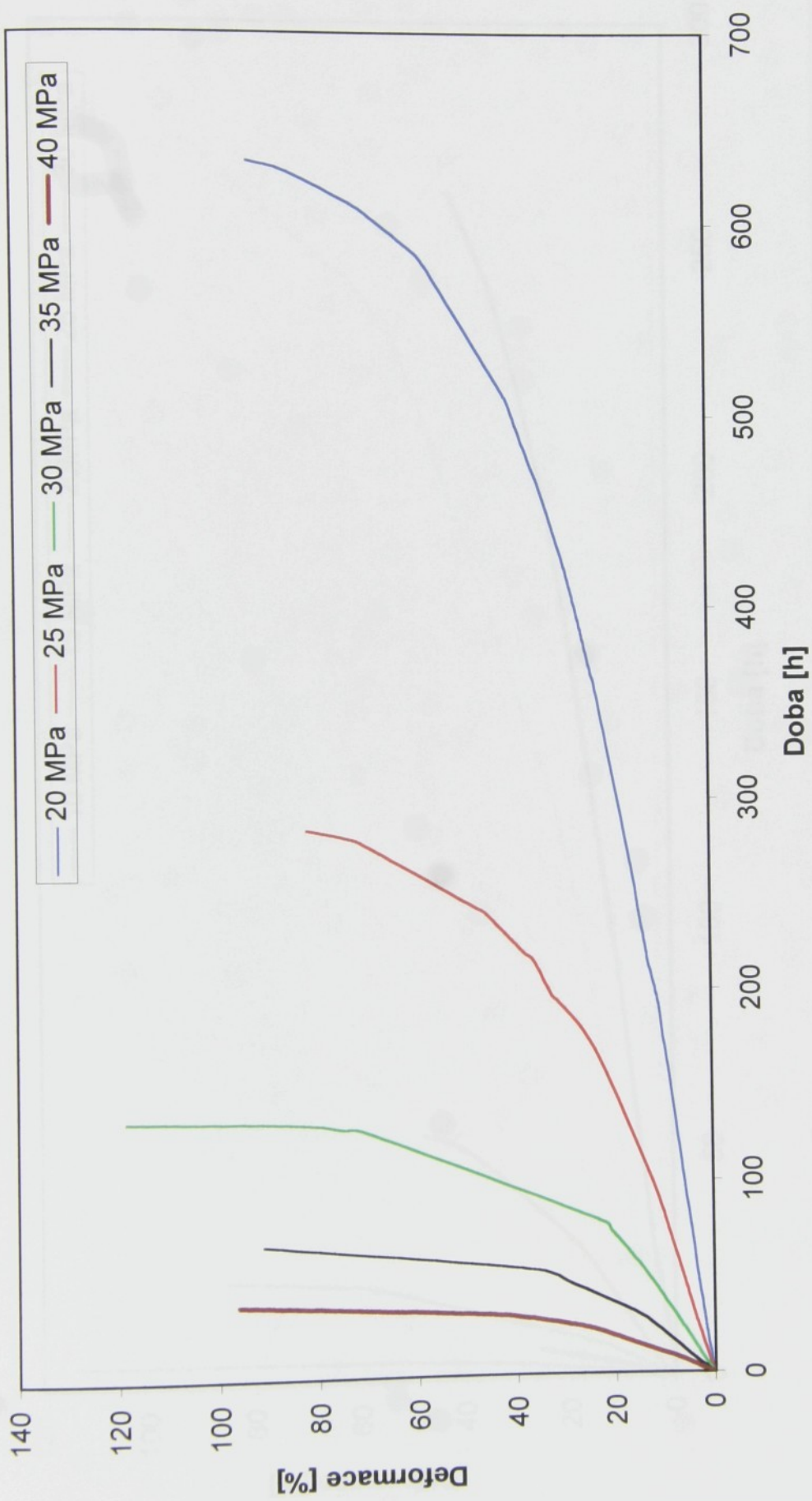
Teplota [°C]	Napětí [MPa]	t_F [hod]	Tažnost [%]
500	180	1318	51,5
500	240	707	63,5
500	260	265	32,8
500	280	174	27,7
600	50	837	105,8
600	60	456	94,6
600	70	276	135,6
600	80	189	136,7
600	100	88	134
700	20	638	119,6
700	25	293	128
700	30	134	145
700	35	70	118,9
700	40	38	148,6
800	10	335	139,6
800	15	59	99,3
800	20	23	144,2
800	25	10	100,5
800	30	4,6	150,6
900	5	168	119,2
900	7	47	114,1
900	10	8,5	109,6
900	12	4	151,7
900	15	1,4	146



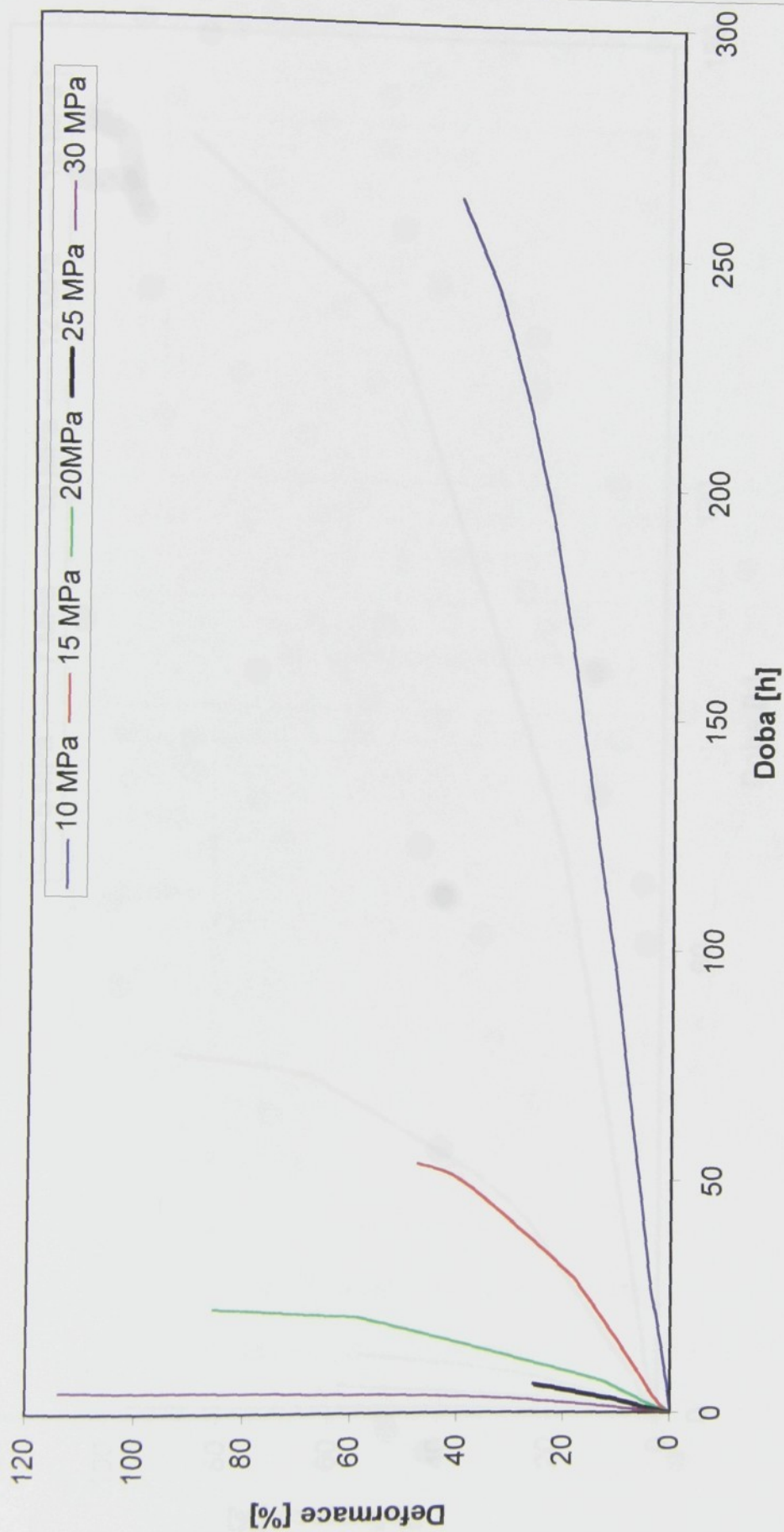
Obr. 22 Výsledky creepových zkoušek při teplotě 500°C



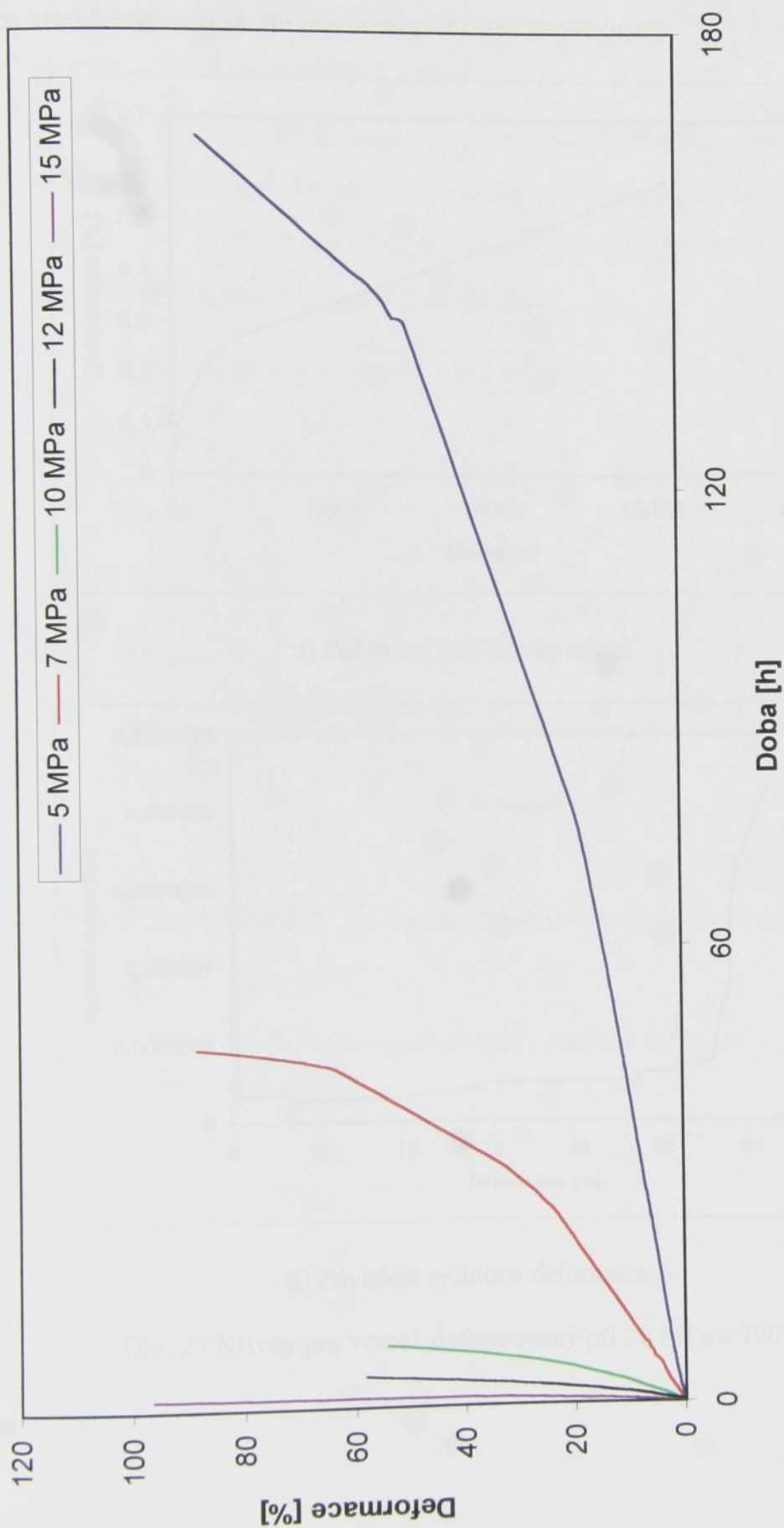
Obr. 23 Výsledky creepových zkoušek při teplotě 600°C



Obr. 24 Výsledky creepových zkoušek při teplotě 700°C

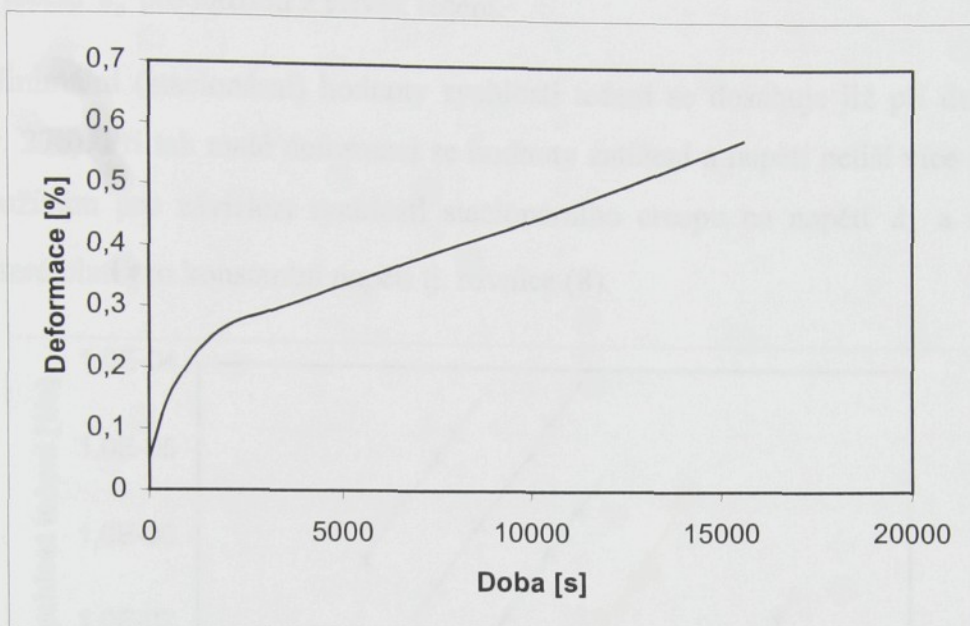


Obr.25 Výsledky creepových zkoušek při teplotě 800°C

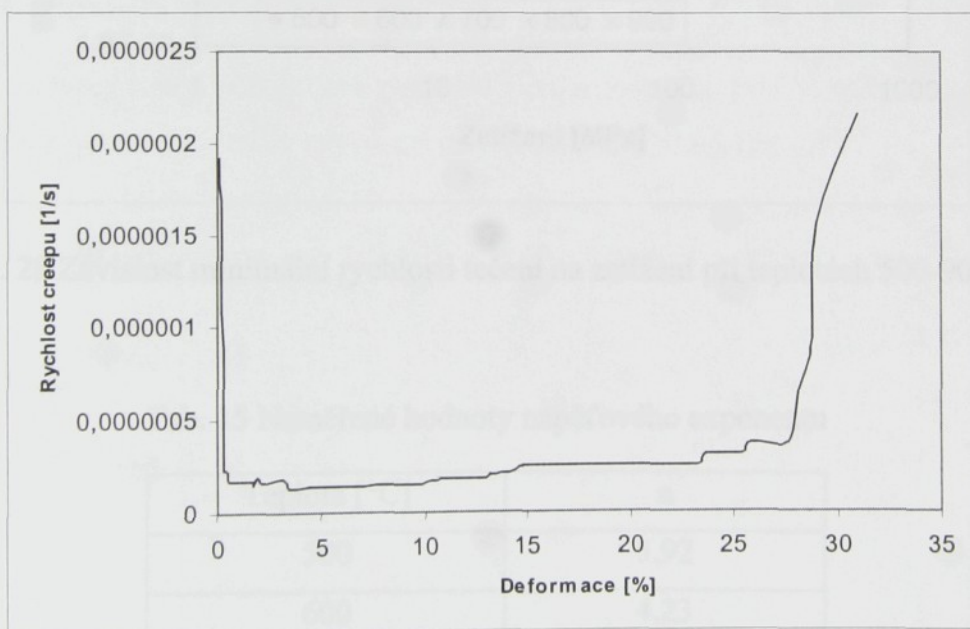


Obr. 26 Výsledky creepových zkoušek při teplotě 900°C

Výsledky creepových zkoušek jsou patrné z obrázků 22-26, na nichž jsou pro teploty 500-900°C průběhy deformace v závislosti na čase. Počáteční část křivky creepu není na křivkách zřetelná kvůli použitému měřítku časové osy.



a) Počáteční část křivky tečení

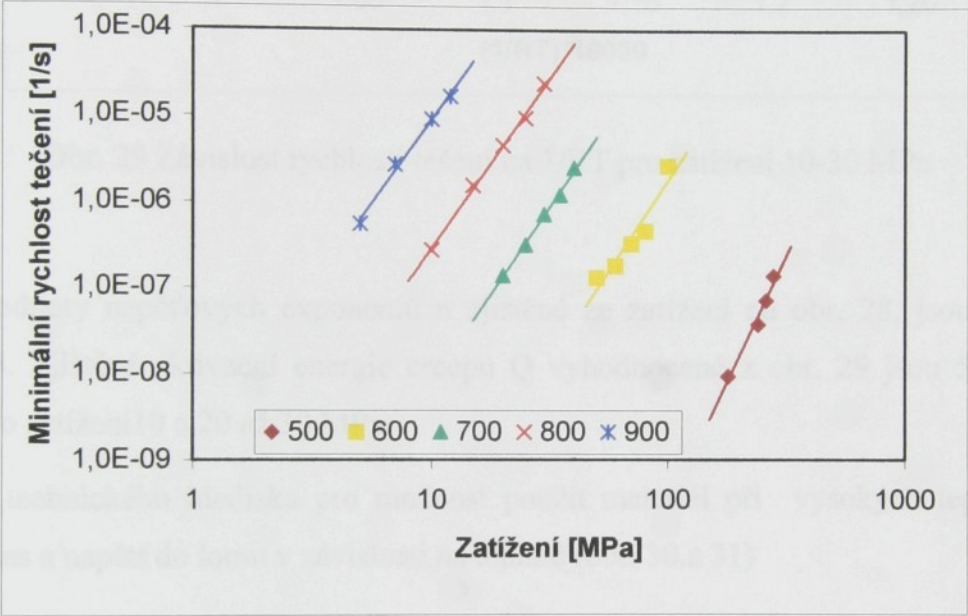


b) Závislost rychlosti deformace

Obr. 27 Křivky pro vzorek deformovaný při 20 MPa a 700°C

Pro ilustraci je na obr. 27a uvedena i počáteční část a na obr. 27b je závislost rychlosti creepu na deformaci pro vzorek deformovaný při 700°C a 20MPa. Pro určení hodnot napět'ového exponentu a aktivační energie byly stanoveny hodnoty minimální rychlosti tečení $\dot{\epsilon}_0$ pro každou z křivek tečení.

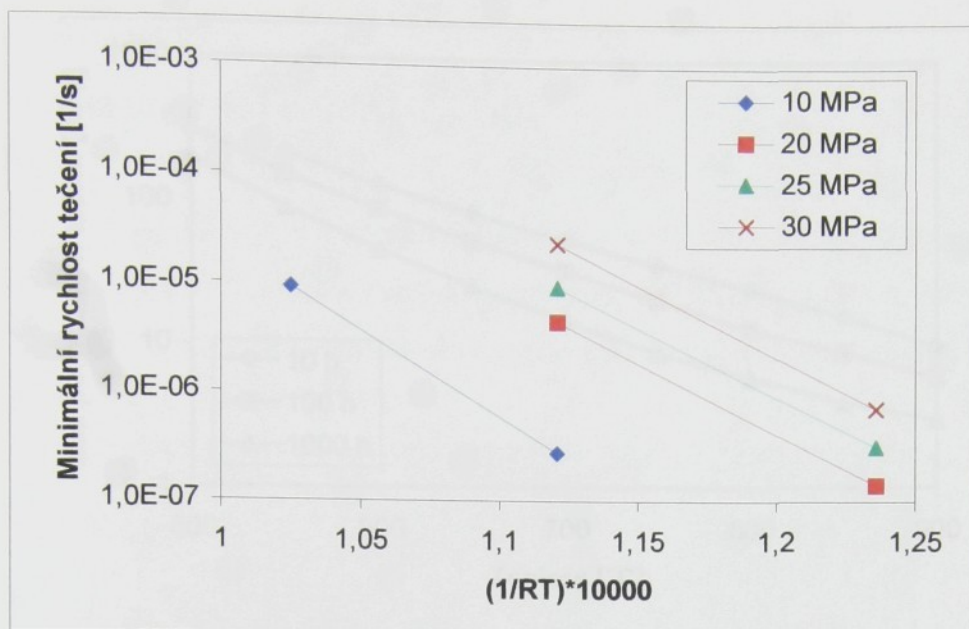
Minimální (stacionární) hodnoty rychlosti tečení se dosahuje již při deformaci ~ 0,03 (obr. 27b). Při tak malé deformaci se hodnoty zatížení a napětí neliší více než o 3%. Proto používám pro závislost rychlosti stacionárního creepu na napětí $\dot{\epsilon}_0$ a na teplotě vztahy, které platí pro konstantní napětí tj. rovnice (8).



Obr. 28 Závislost minimální rychlosti tečení na zatížení při teplotách 500-900°C

Tab. 15 Naměřené hodnoty napět'ového exponentu

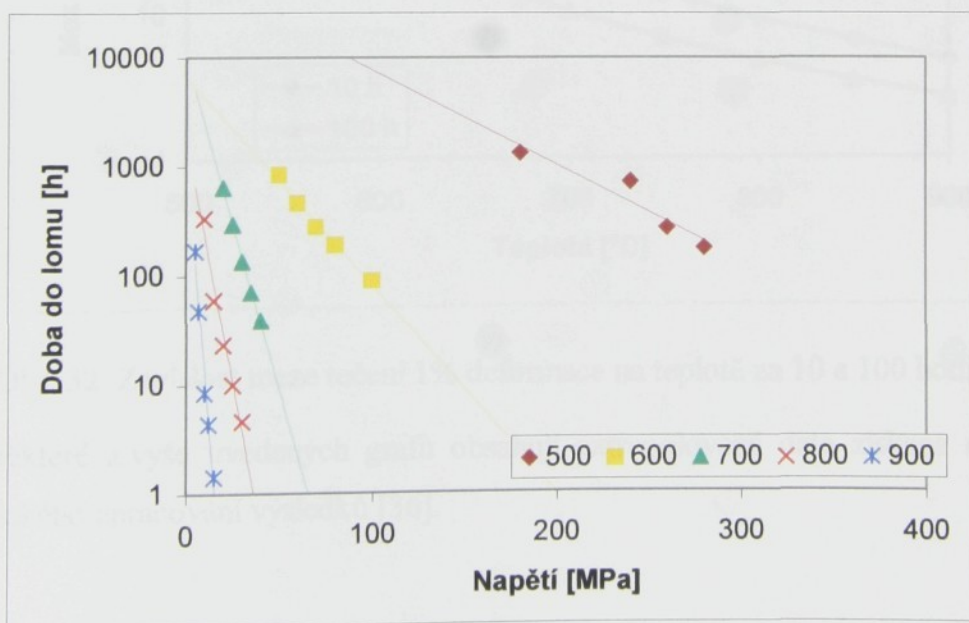
Teplota [°C]	n
500	5,92
600	4,23
700	4,10
800	3,96
900	3,86



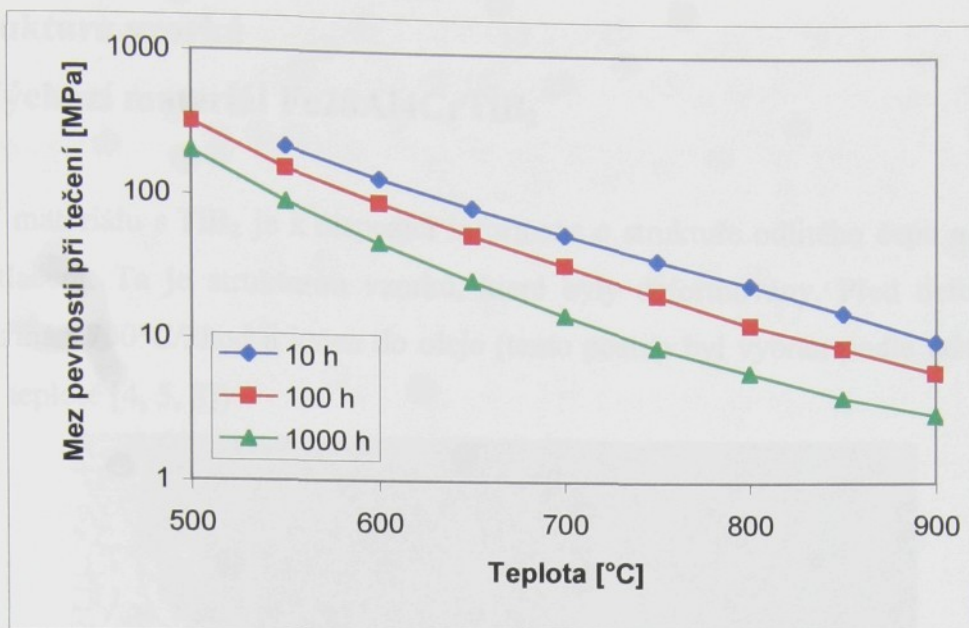
Obr. 29 Závislost rychlosti tečení na $1/RT$ pro zatížení 10-30 MPa

Hodnoty napěťových exponentů n zjištěné ze zatížení na obr. 28, jsou uvedeny v Tab. 15. Zjištěné aktivační energie creepu Q vyhodnocené z obr. 29 jsou 500 a 320 kJ/mol pro zatížení 10 a 20 až 30 MPa.

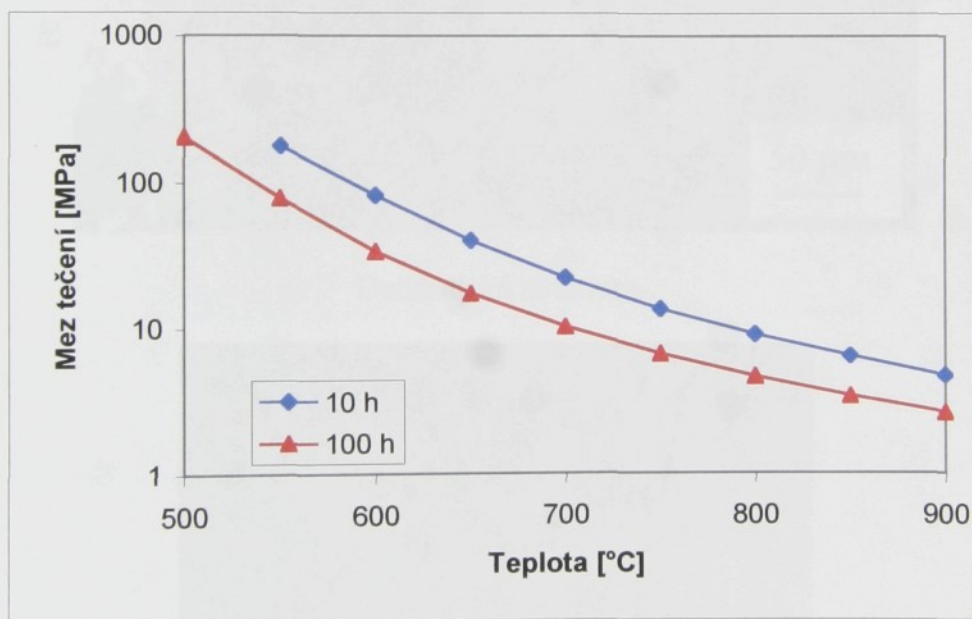
Z technického hlediska pro možnost použít materiál při vysokých teplotách je důležitý čas a napětí do lomu v závislosti na teplotě (obr. 30.a 31)



Obr. 30 Doba do lomu v závislosti na zatížení a teplotě



Obr.31 Závislost meze pevnosti při tečení na teplotě pro doby 10, 100 a 1000 hodin.



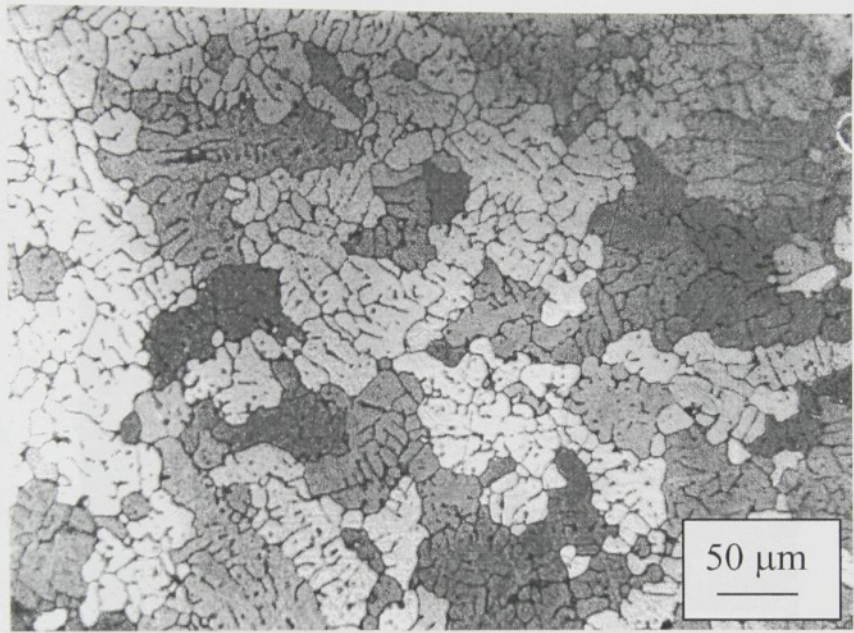
Obr. 32 Závislost meze tečení 1% deformace na teplotě za 10 a 100 hodin.

Některé z výše uvedených grafů obsahují extrapolovaná data získaná na základě matematického zpracování výsledků [36].

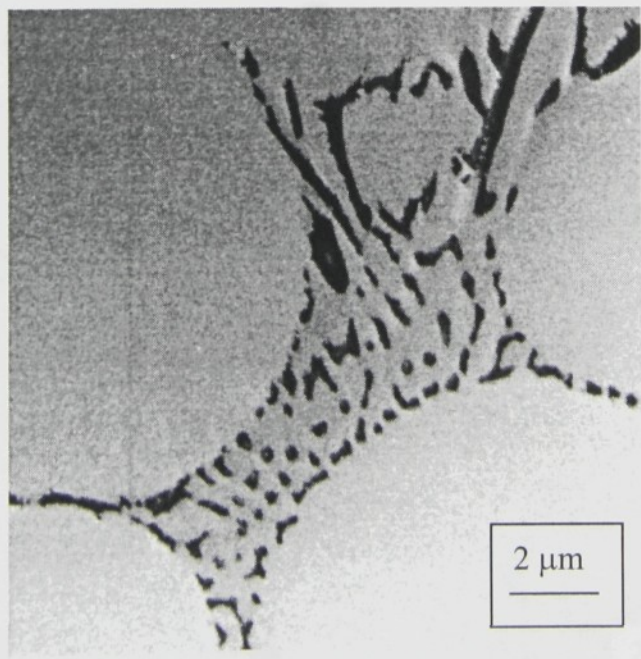
4.3. Struktura vzorků

4.3.1. Výchozí materiál $\text{Fe}_{28}\text{Al}_{14}\text{CrTiB}_2$

U materiálu s TiB_2 je k dispozici informace o struktuře odlitého čepu a trubky po jeho protlačení. Ta je strukturou vzorků, které byly deformovány. Před deformací byl materiál žíhán $700^\circ\text{C}/2\text{hod}$ a kalen do oleje (tento postup byl vybrán podle údajů o vlivu žíhání na teplotě [4, 5, 8])



Dendritická struktura

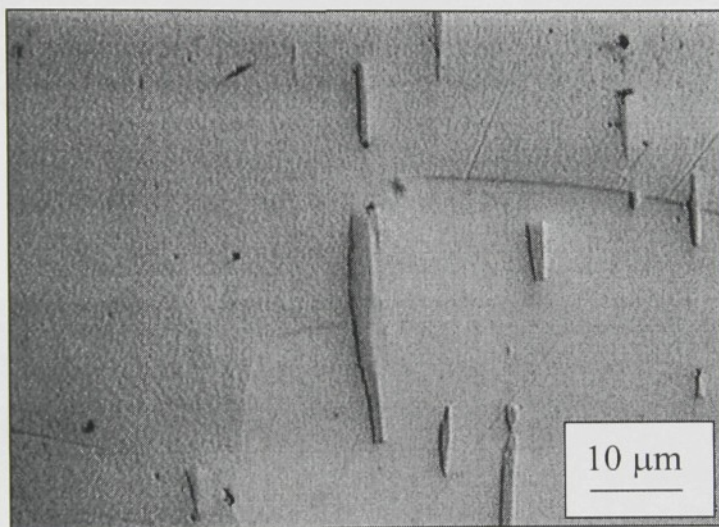


b) Odmíšené částice titanboridu na hranicích mezi zrny po odlití

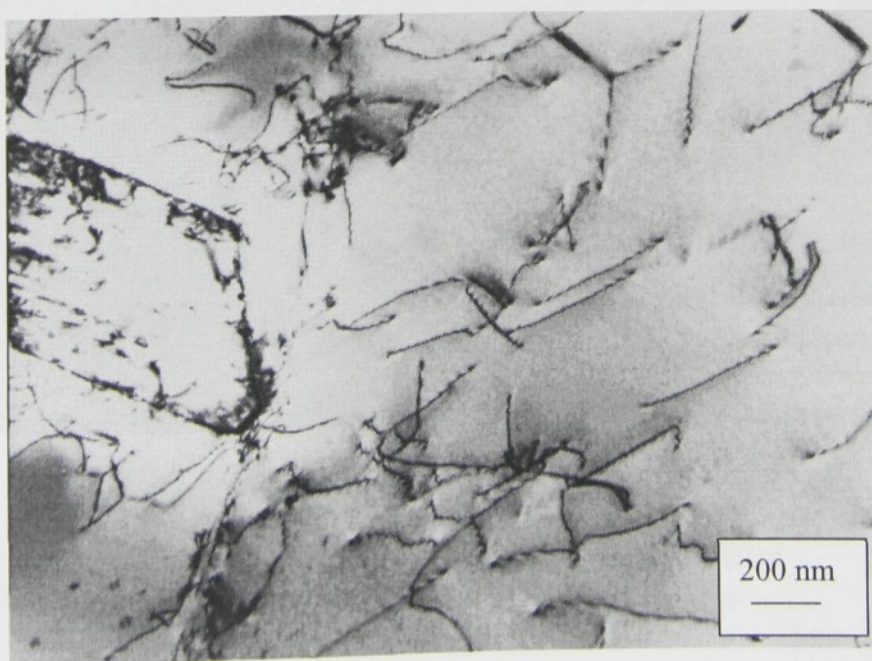
Obr. 33 Struktura po odlití materiálu $\text{Fe}_{28}\text{Al}_{14}\text{CeTiB}_2$

Na obr. 33a je patrná struktura po odlití s detailem hranice na obr. 33b. Titanborid je v litém netvářeném materiálu uspořádán velmi nehomogenně do konfigurací, vzniklých následkem segregace. V oblastech mezidendritických útvarů vznikají při dendritickém tuhnutí částice TiB_2 .

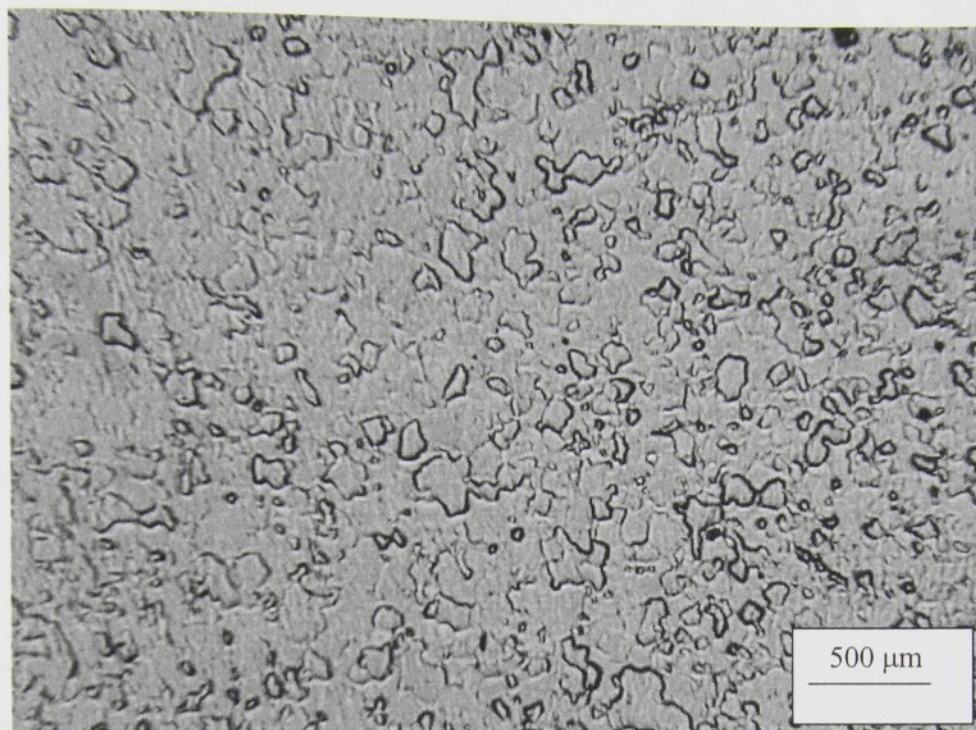
Protlačování modifikuje lící strukturu zejména v tom smyslu, že se vytvoří jehličkovité částice TiB_2 , které jsou homogenně rozptýleny v celé tloušťce stěny trubky a jsou vyrovnány podél směru protlačování (obr. 34). Obrázek 35 ukazuje příčný řez částicí TiB_2 . Celkově je struktura slitiny jemnozrná (obr. 36). Uspořádání zrn se nepodařilo změnit žíháním na žádnou z teplot. Při žíhání $700^\circ\text{C}/2\text{hod}$ se nepodařilo rozpustit jehličky titanboridu.



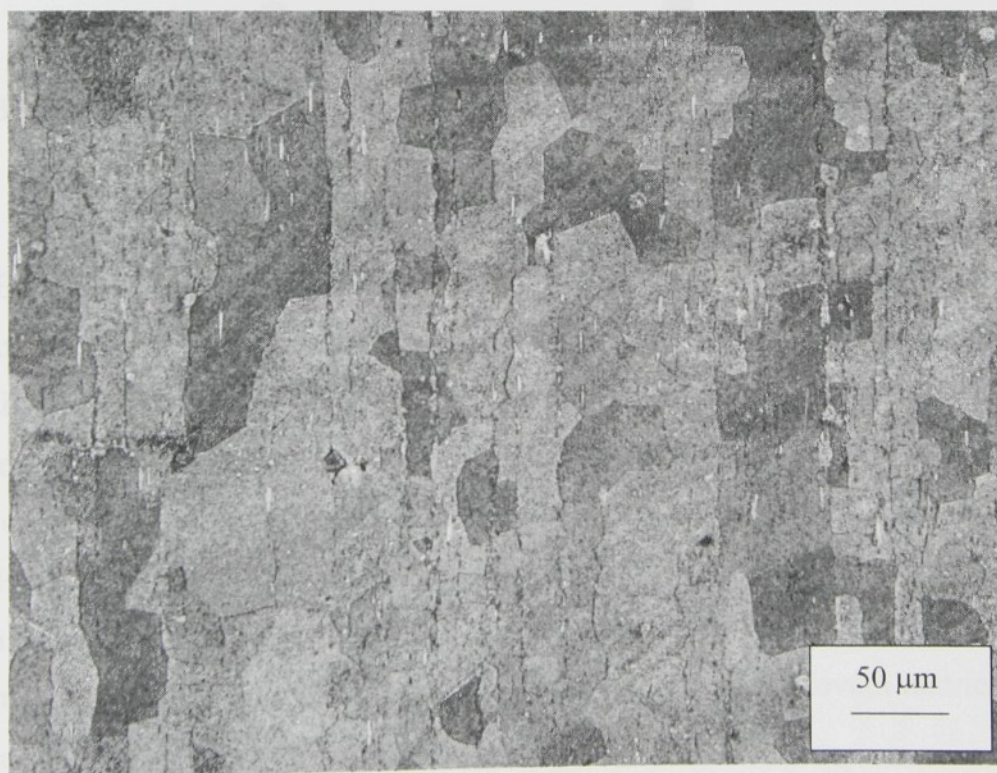
Obr.34 Detail částic TiB_2 ve výchozím materiálu



Obr 35 Částice titanboridu

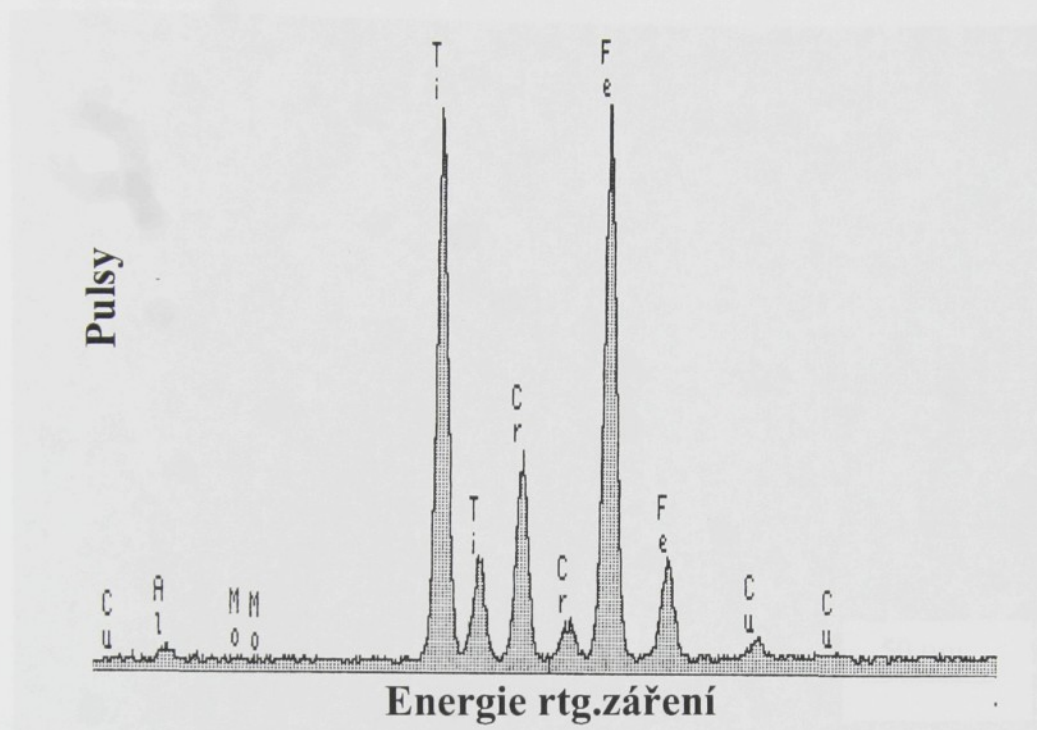


příčný řez



podélný řez

Obr. 36 Výchozí materiál – trubka s TiB_2 , zvětšení

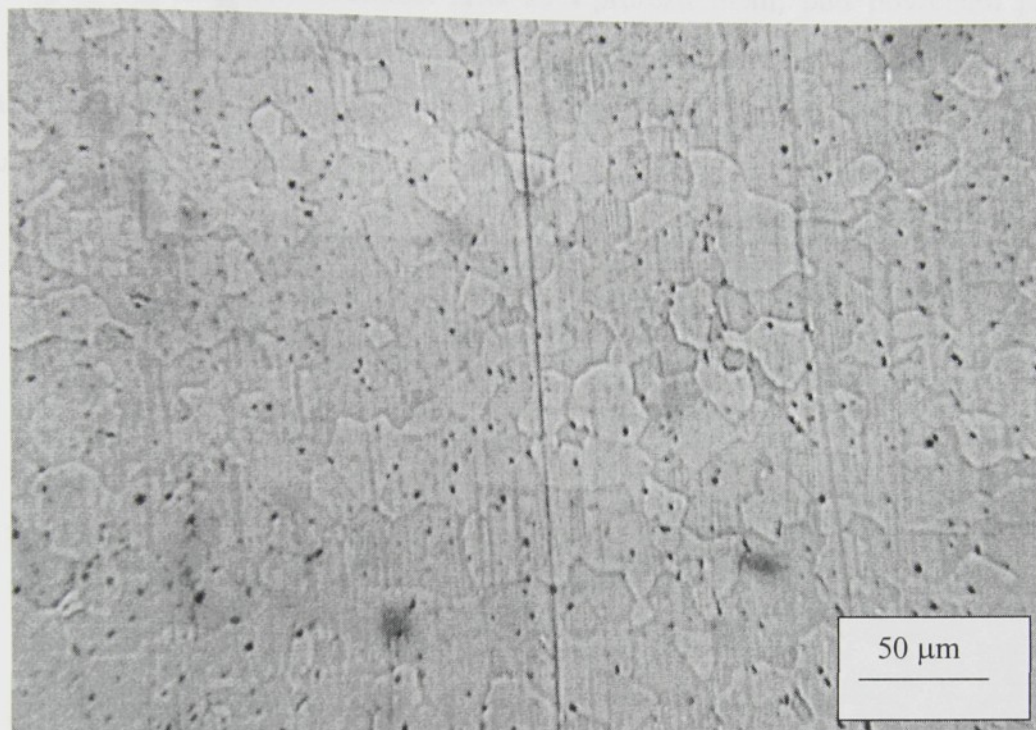


Obr. 37 Přítomnost prvků v částici (jednotlivé linie jsou označeny tak, jak to odpovídá energiím charakteristického RTG záření)

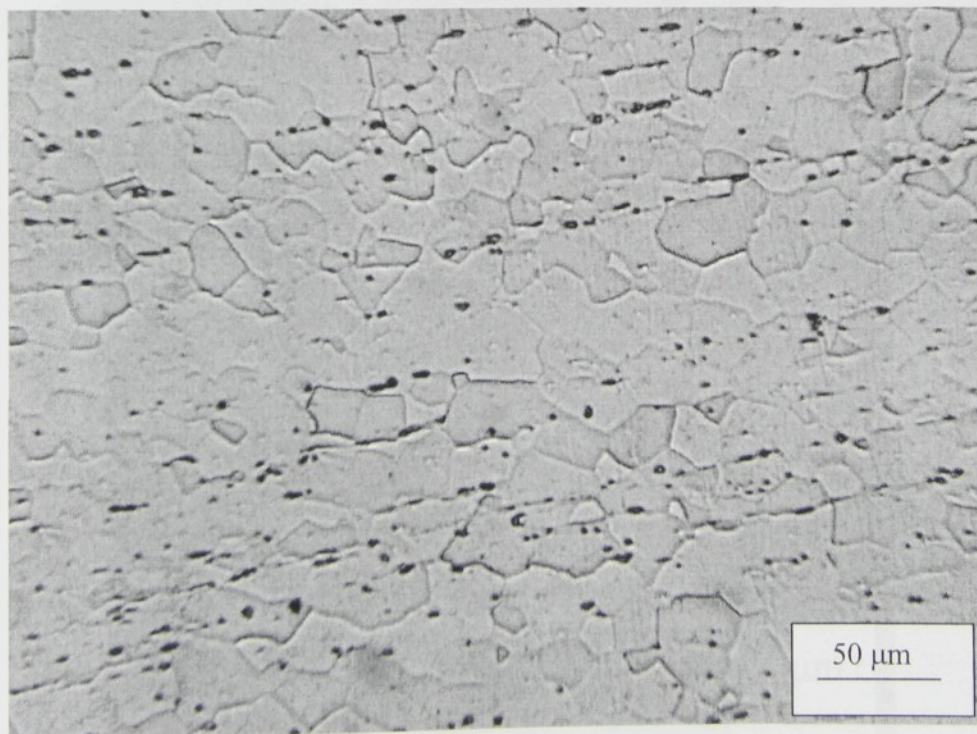
Energiově disperzní analýza (EDA) využívá rozboru spektra charakteristického rentgenového záření podle velikosti energie [37]. Energiově disperzní analýzu lze provádět na většině novějších elektronových mikroskopů. Registrovaná intenzita záření (počet pulsů) je úměrná množství prvku identifikovaného podle energie charakteristického záření. Většinou lze detekovat prvky s vyšším atomovým číslem než atomové číslo kyslíku.

Pomocí EDA byly identifikovány prvky přítomné v částicích přítomných v materiálu legovaném TiB_2 (obr. 37). Vzhledem k tomu, že svazek elektronů zachycuje část matrice, jsou ve spektru částice přítomny i čáry odpovídající kovům matrice (Fe, Cr). Přesná struktura a složení částic nebyly určovány.

4.3.2 Výchozí materiál Fe28Al4CrCe



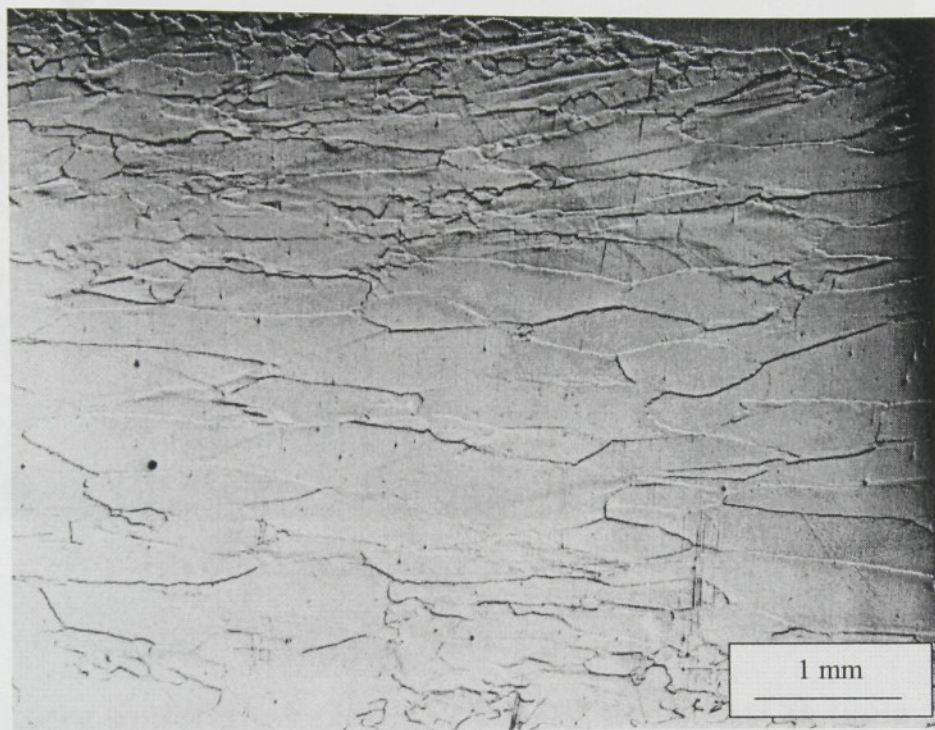
příčný řez



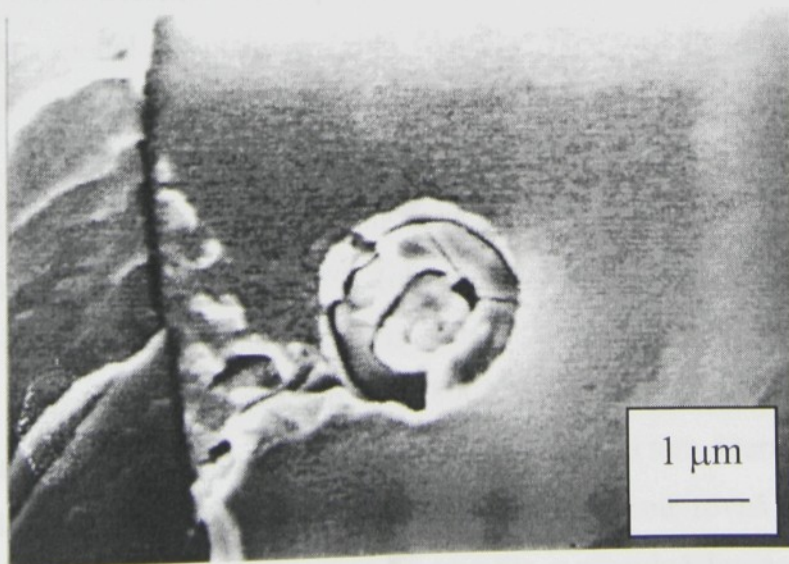
b) podélný řez

Obr. 38 Struktura trubky Fe28AlCr0,01Ce

Struktura trubky s přísadou céru je tvořena převážně z rovnoosých rekrytalizovaných zrn (obr. 38). Strukturu slitiny $\text{Fe}_{28}\text{Al}_{4}\text{CrCe}$ po válcování tvoří zrna výrazně zploštělá (obr. 39). Velikost zrna se v průřezu mění, pod povrchem je patrný výskyt jemného rekrytalizovaného zrna, zatímco uprostřed vzorku jsou protažená podstatně hrubší zrna. Tento plech byl použit k výrobě pro creepové zkoušky. Jemné rekrytalizované zrno není součástí aktivní délky zkušební tyče.



Obr. 39 Struktura základního materiálu ($\text{Fe}_{28}\text{AlCr}_{0.01}\text{Ce}$) po válcování a zakalení



Obr. 40 Částice céru

Oba materiály s cérem mají v zrnech velké množství částic s rozměrem kolem $5\ \mu\text{m}$ (obr. 40) a jemné částice (obr.41). Jádro částic tvoří téměř čistý cér, zatímco obal obsahuje většinou Al-Ce-Cr nebo v menší míře Al-Ce-Fe. Jemné částice jsou bohaté na Cr a dále jsou v nich přítomny Al, Fe. Cér nebyl nalezen [38].

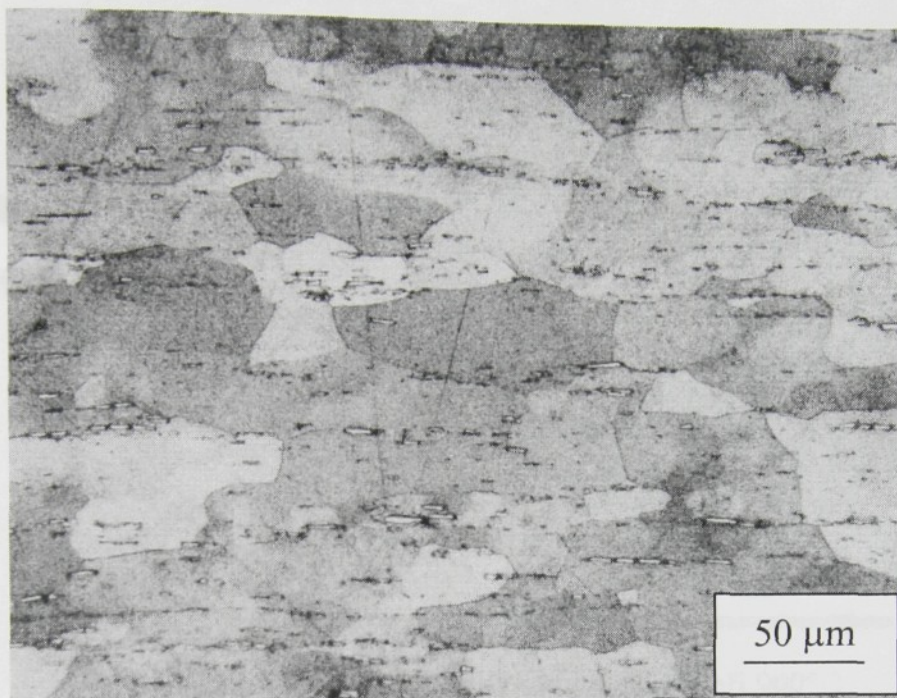


Obr. 41 Jemné částice

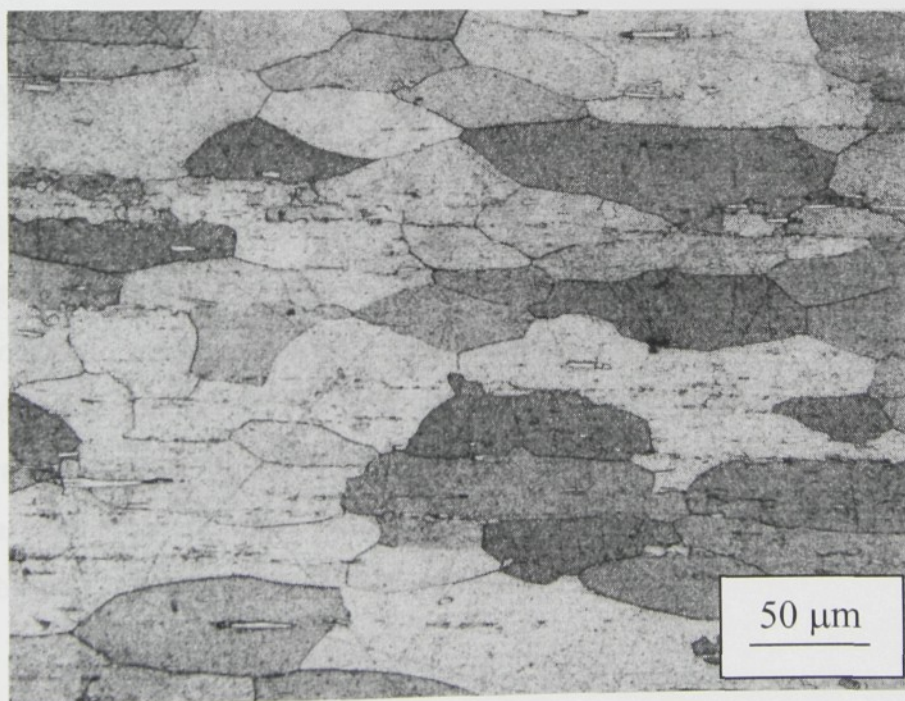
4.3.3. Struktura materiálu $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{CrTiB}_2$ po deformaci za tepla

Struktury vzorků deformovaných tahem při teplotách 600, 800 a 900° C jsou na obr. 42-44. Ve vzorku deformovaném při 600°C (obr. 42) je vidět, že velká zrna jsou jen mírně prodloužena podél osy tahu a četné částčky TiB_2 orientovány paralelně k ose protlačování. Prodloužení zrn podél osy deformace se pozoruje ve vzorcích deformovaných při 800°C (obr. 43). Struktura je homogenní a většina rozhraní zrn je rovná. Pouze ojediněle byla pozorovaná malá nová zrna.

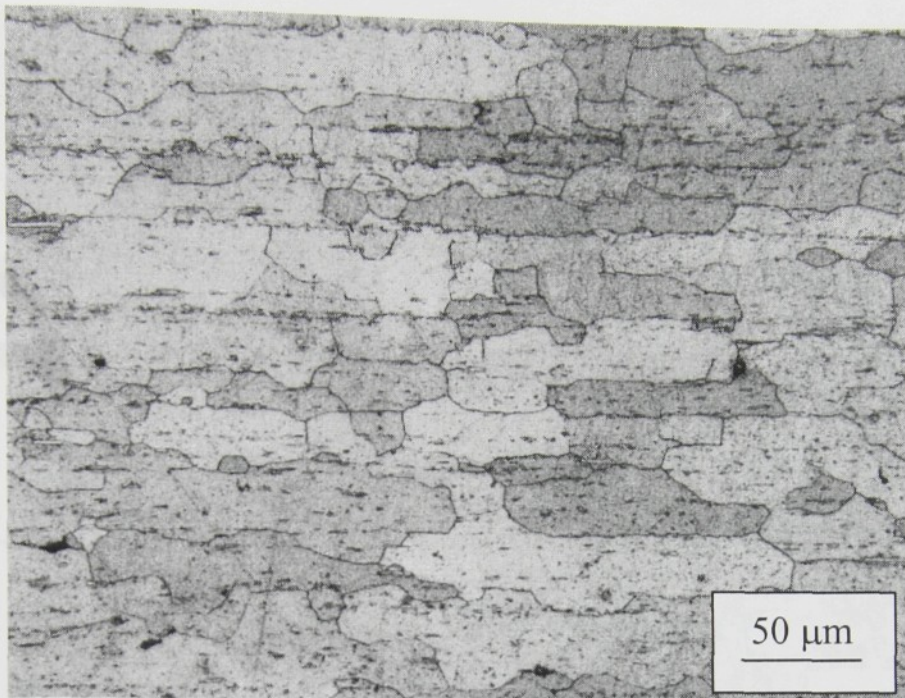
Strukturu po deformaci při 900°C (obr. 44) lze rozdělit do dvou částí. První se skládá z nově vytvořených rovnoosých zrn, která jsou mnohem jemnější než zrna pozorovaná ve vzorku deformovaném při 800°C. Druhou část tvoří velká velmi prodloužená zrna. Ačkoliv velikost těchto zrn je velmi podobná těm, která byla pozorovaná při deformaci 800°C, tvar rozhraní je zcela rozlišný – nejsou rovná a jejich zvlněný charakter naznačuje, že tato zrna se patrně vytvořila z původně jemnozrné části. Tuto strukturu je tak možno považovat za rekrystalizovanou v rámci níž došlo k růstu zrna.



Obr. 42 Struktura vzorků po deformaci tahem při 600°C



Obr. 43 Struktura vzorků po deformaci tahem při 800°C

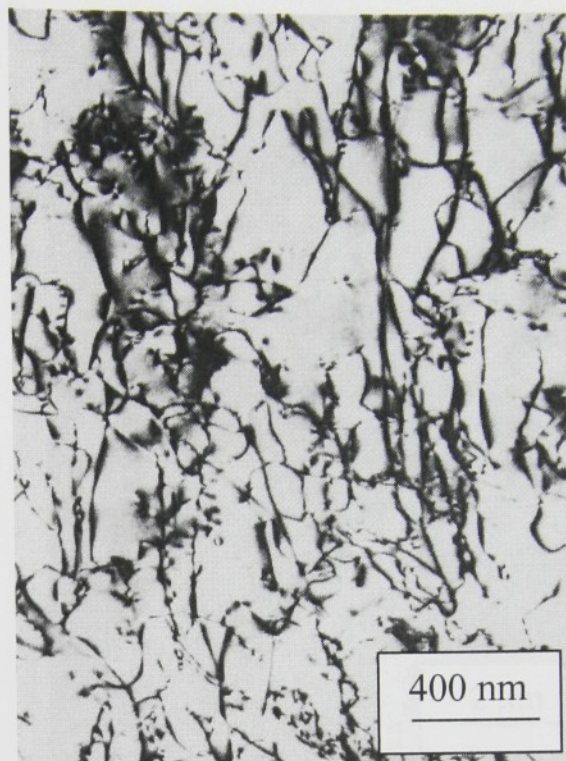


Obr. 44 Struktura vzorků po deformaci tahem při 900°C

Pro určení charakteru struktury jednotlivých zrn a tedy i typů procesů probíhajících při deformaci byla zjišťována zejména dislokační struktura pomocí TEM.

Dislokační struktura charakteristická pro jednotlivá studia deformace tahem materiálu $\text{Fe}_{28}\text{Al}_{14}\text{CrTiB}_2$ je vidět na obr. 45-48. Po deformaci při 600°C byly pozorovány husté spleti dislokací (obr. 45).

Dislokační struktura po deformaci při 700°C svědčí o tom, že začíná probíhat zotavení struktury – obr. 46. Lze pozorovat tendenci k vytváření dislokačních stěn. Další vzrůst teploty deformace podporuje tvorbu subhranic a snížení hustoty dislokací uvnitř subzrna. Po deformaci při 900°C (obr. 48) lze pozorovat subzrna téměř bez dislokací. Některé hranice subzrn ztratily charakter dislokačních stěn a vytvořily vysokoúhlovou hranici. Na některých snímcích lze pozorovat částice TiB_2 , které jsou součástí hranice subzrna nebo překážkou pro pohyb dislokací (obr. 48).



Obr. 45 Dislokační struktura $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{CrTiB}_2$ po deformaci tahem při 600°C



Obr. 46 Dislokační struktura $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{CrTiB}_2$ po deformaci tahem při 700°C



Obr. 47 Dislokační struktura $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{CrTiB}_2$ po deformaci tahem při 800°C

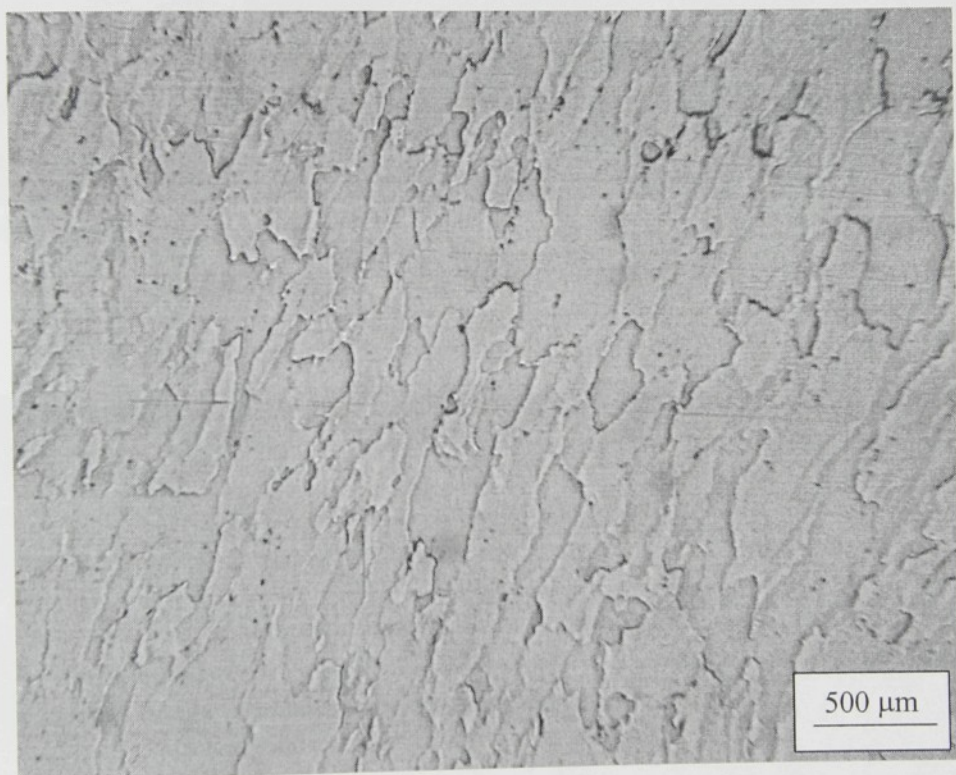


Obr. 48 Dislokační struktura $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{CrTiB}_2$ po deformaci tahem při 900°C

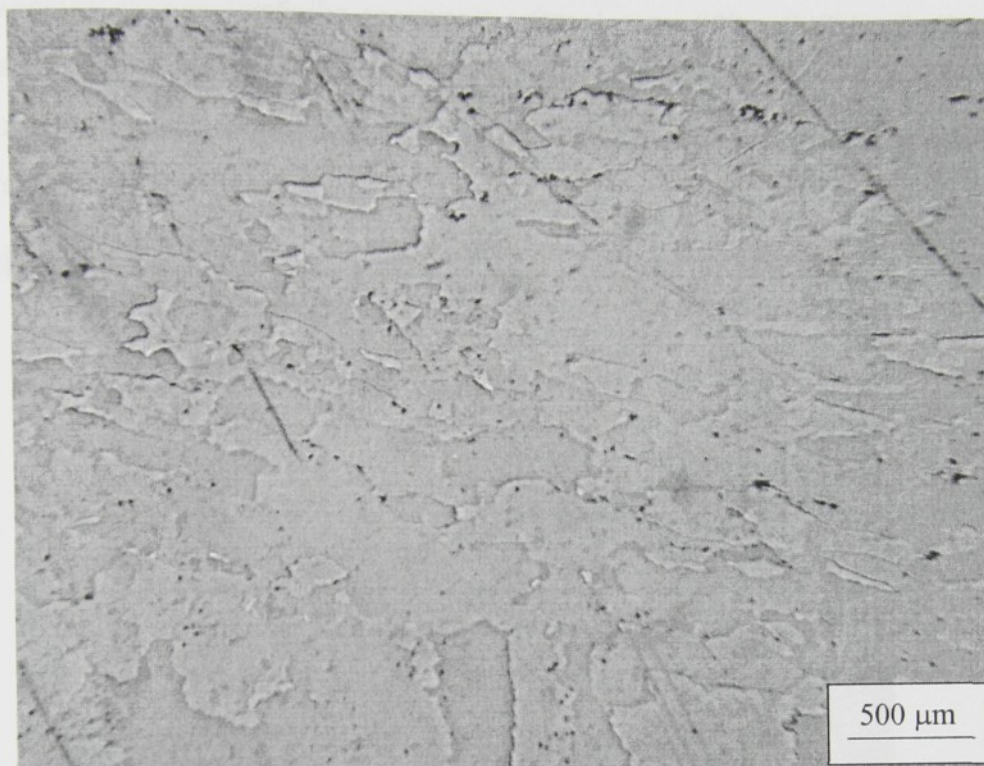
4.3.4. Struktura materiálu Fe₂₈Al₄CrCe po deformaci za tepla

Struktura vybraných vzorků po tečení byla dokumentována optickou mikroskopií. Jedná se o vzorky testované při teplotách 700, 800 a 900°C.

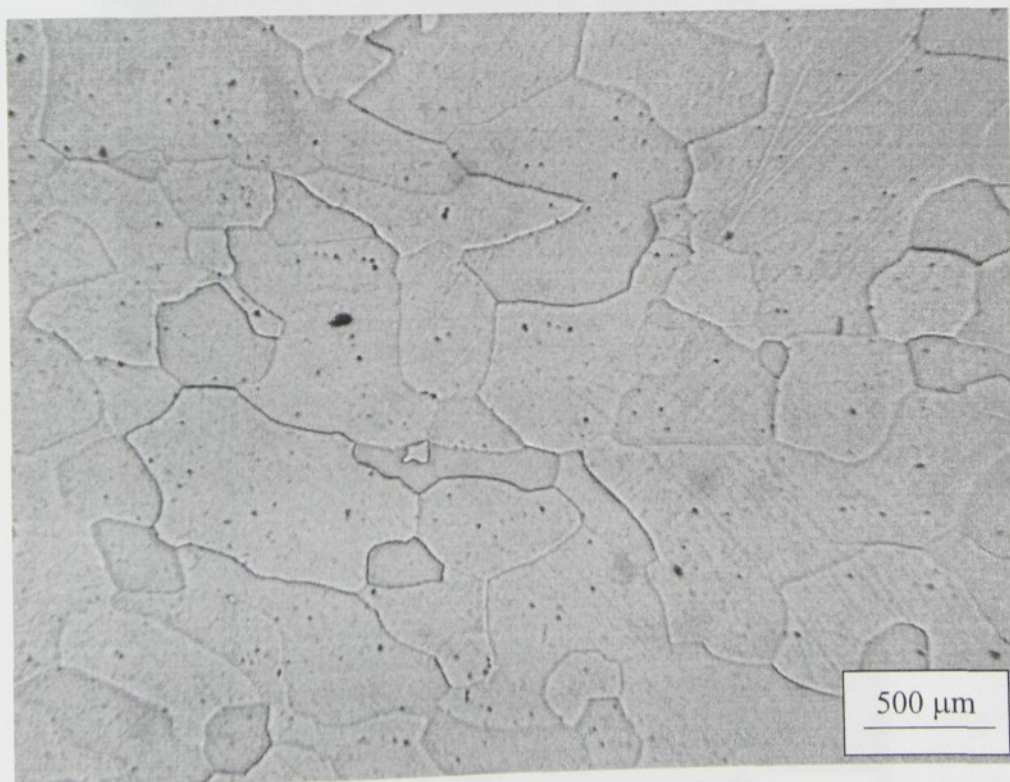
Struktura na obr. 49-51, slouží jako informace o teplotě rekystalizace válcovaného materiálu Fe₂₈Al₄CrCe. Jsou to struktury nedeformovaných upínacích hlav vzorků pro zkoušku tečením. Z obrázků je patrné, že původní struktura s podélnými zrny ve směru válcování rekystalizuje staticky mezi teplotami 800 a 900°C.



Obr. 49 Teplota 700°C

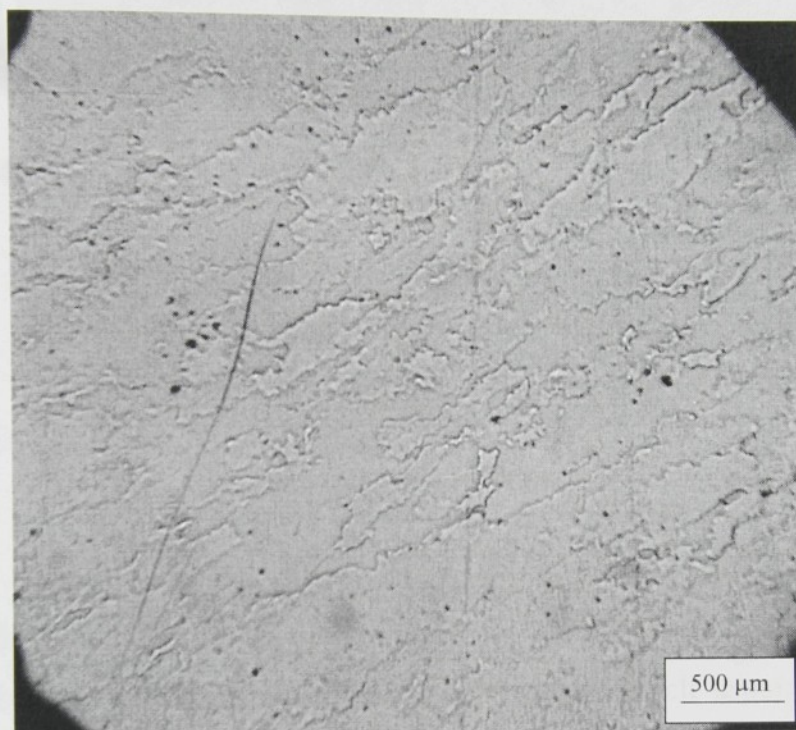


Obr. 50 Teplota 800°C

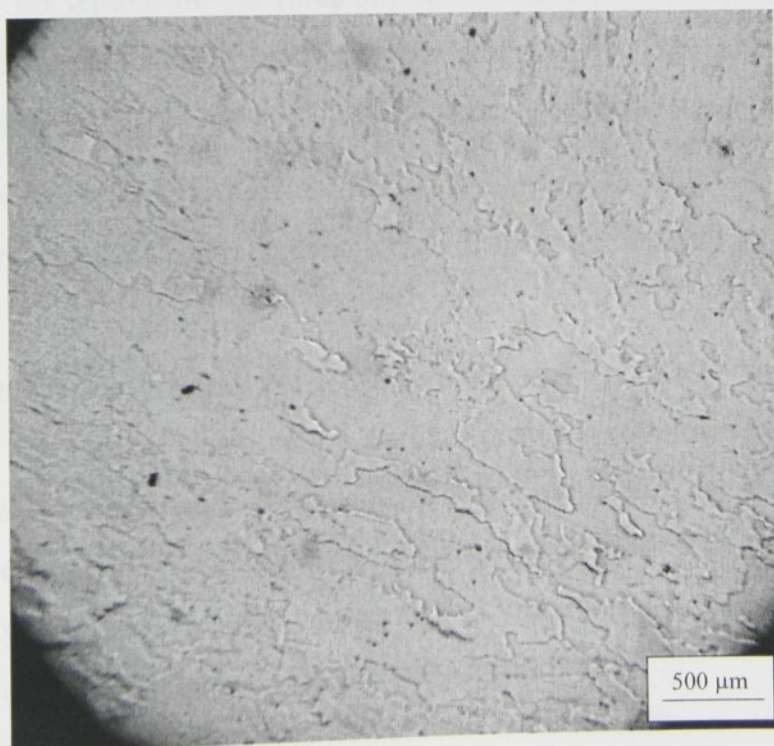


Obr. 51 Teplota 900°C

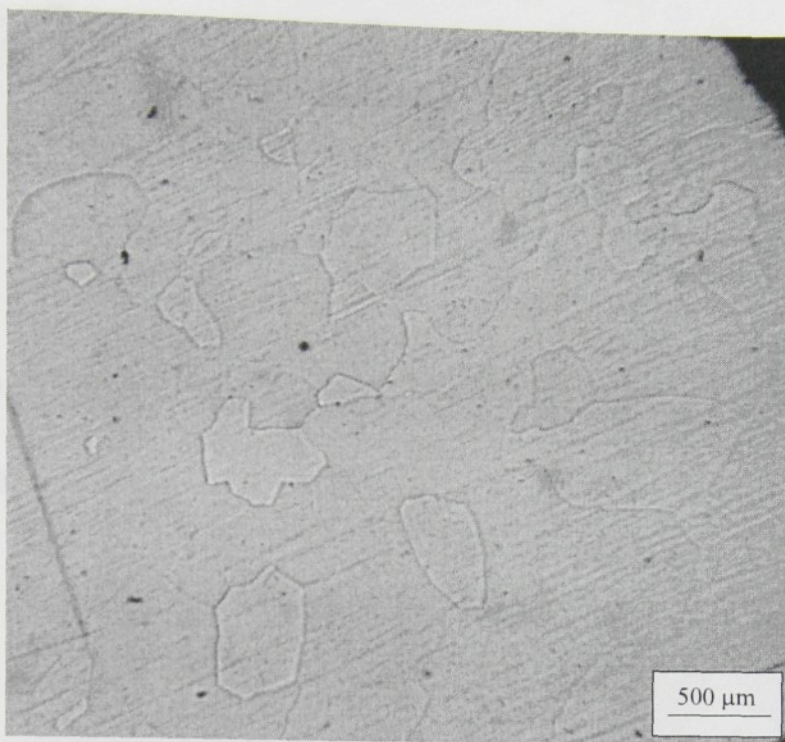
Podobně (obr. 52 - 54) i struktura po tečení při uvedených teplotách má podobné rysy, tj. známky rekrystalizačního procesu mezi teplotami 800 a 900°C. Z obrázku 53 je patrné, že při teplotě 800°C struktura svědčí o začínající rekrystalizaci (drobnější zrna, tvar rozhraní zrna svědčící o růstu zrna). Při teplotě 900°C svědčí tvar zrna o dynamické nebo metadynamické rekrystalizaci.



Obr. 52 Teplota 700°C



Obr. 53 Teplota 800°C

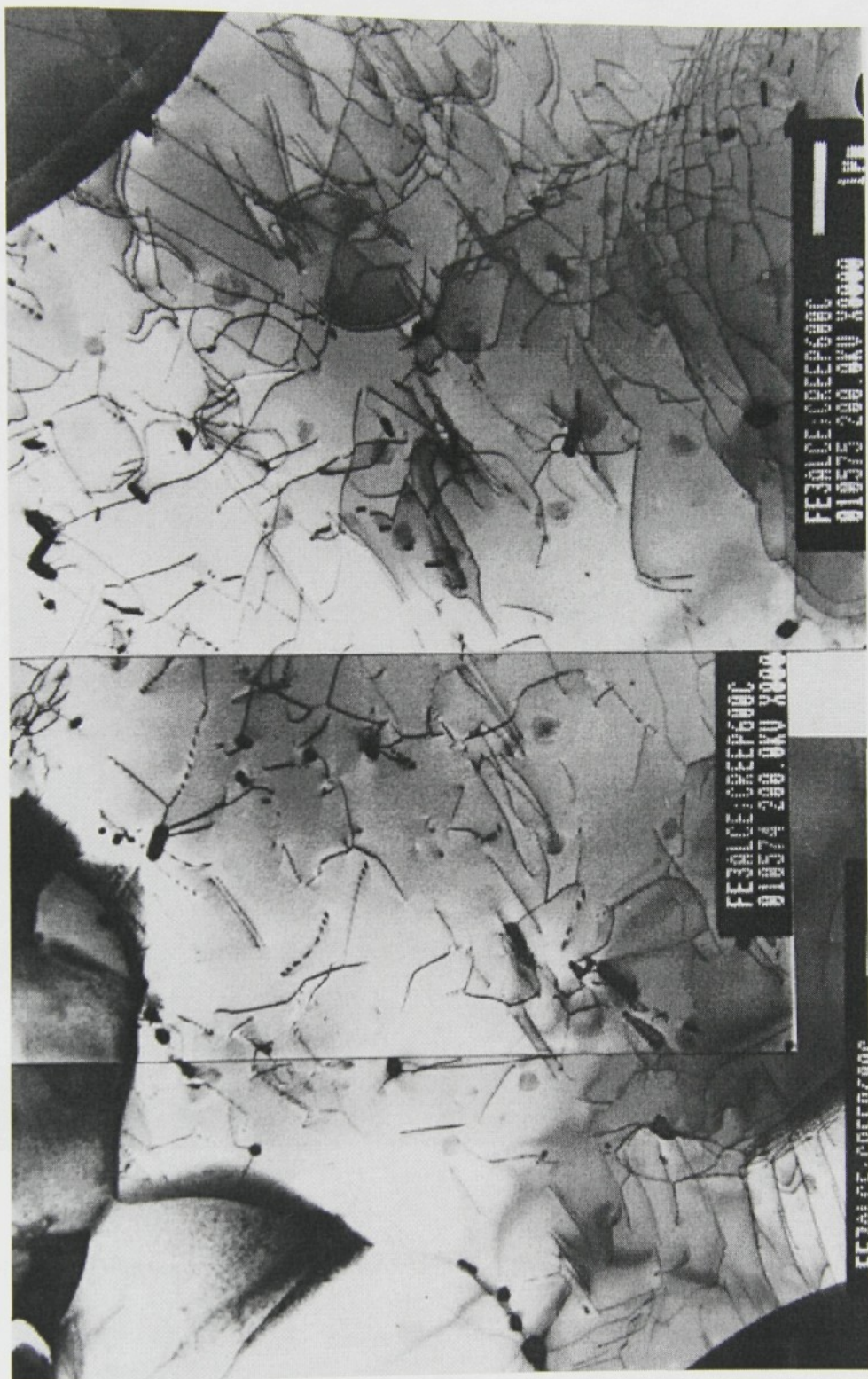


Obr. 54 Teplota 900°C

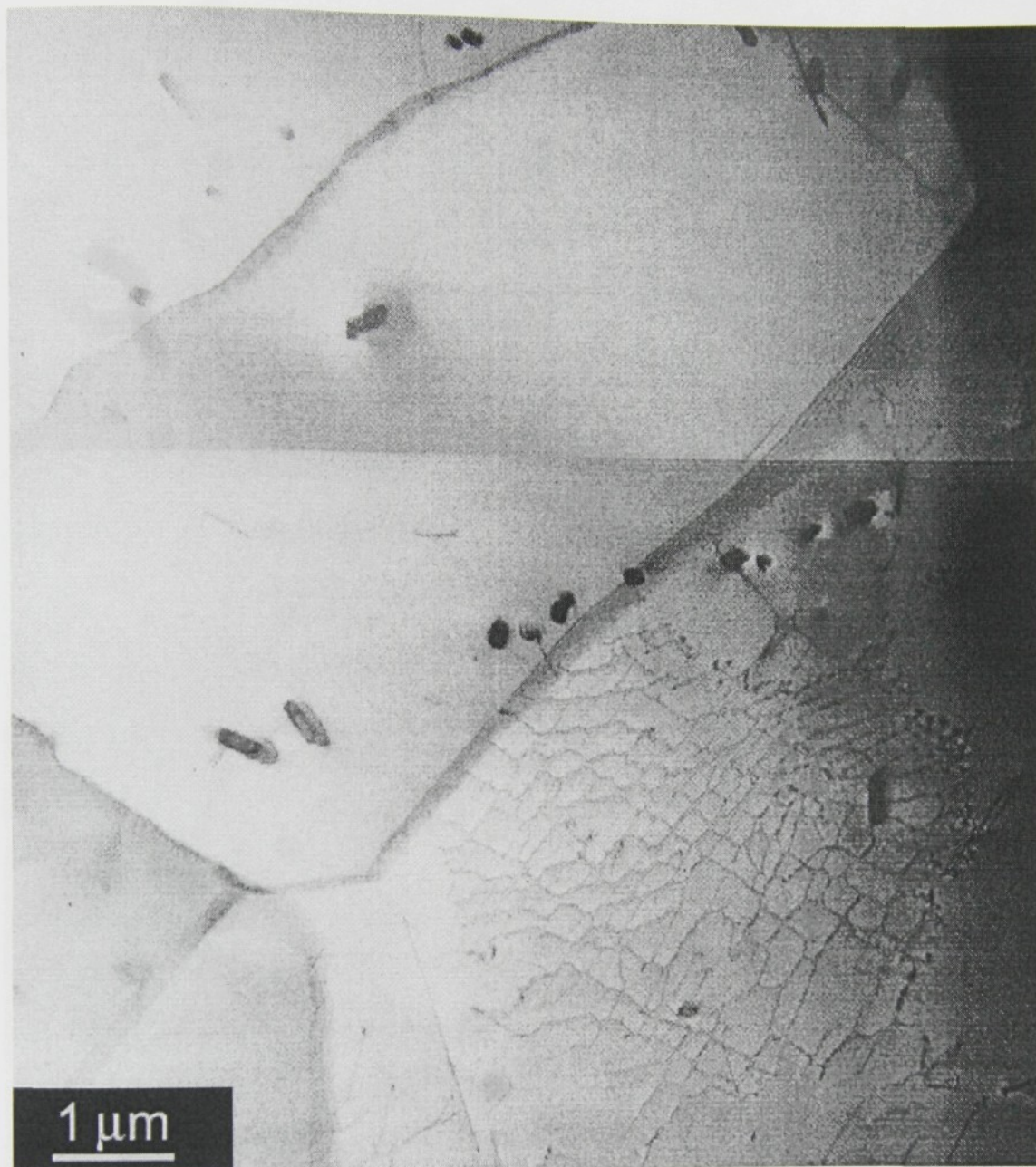
TEM dokumentuje, že po creepu materiálu Fe₂₈Al₄CrCe ve sledovaném oboru teplot dochází ke vzniku konfigurací dislokací, připomínajících uspořádání ve vzorcích Fe₂₈Al₄CrTiB₂, přetržených v deformaci tahem ve stejném oboru teplot.

Zatímco při teplotě 600°C (obr. 55) se u vzorku po tečení pozorují již zárodky stabilních konfigurací (zárodky hranic subzrn – dislokační sítě) a rozlišitelné dvojice skluzových dislokací $a_o'/4 \langle 111 \rangle$, je při vyšších teplotách shoda konfigurací velmi zřetelná. Na obr. 56 jsou patrná ještě malá subzrna se sítěmi dislokací uvnitř. Při 900°C (obr. 57) jsou zrna prakticky prostá jednotlivých dislokací a obsahují jen ojediněle hranice subzrn.

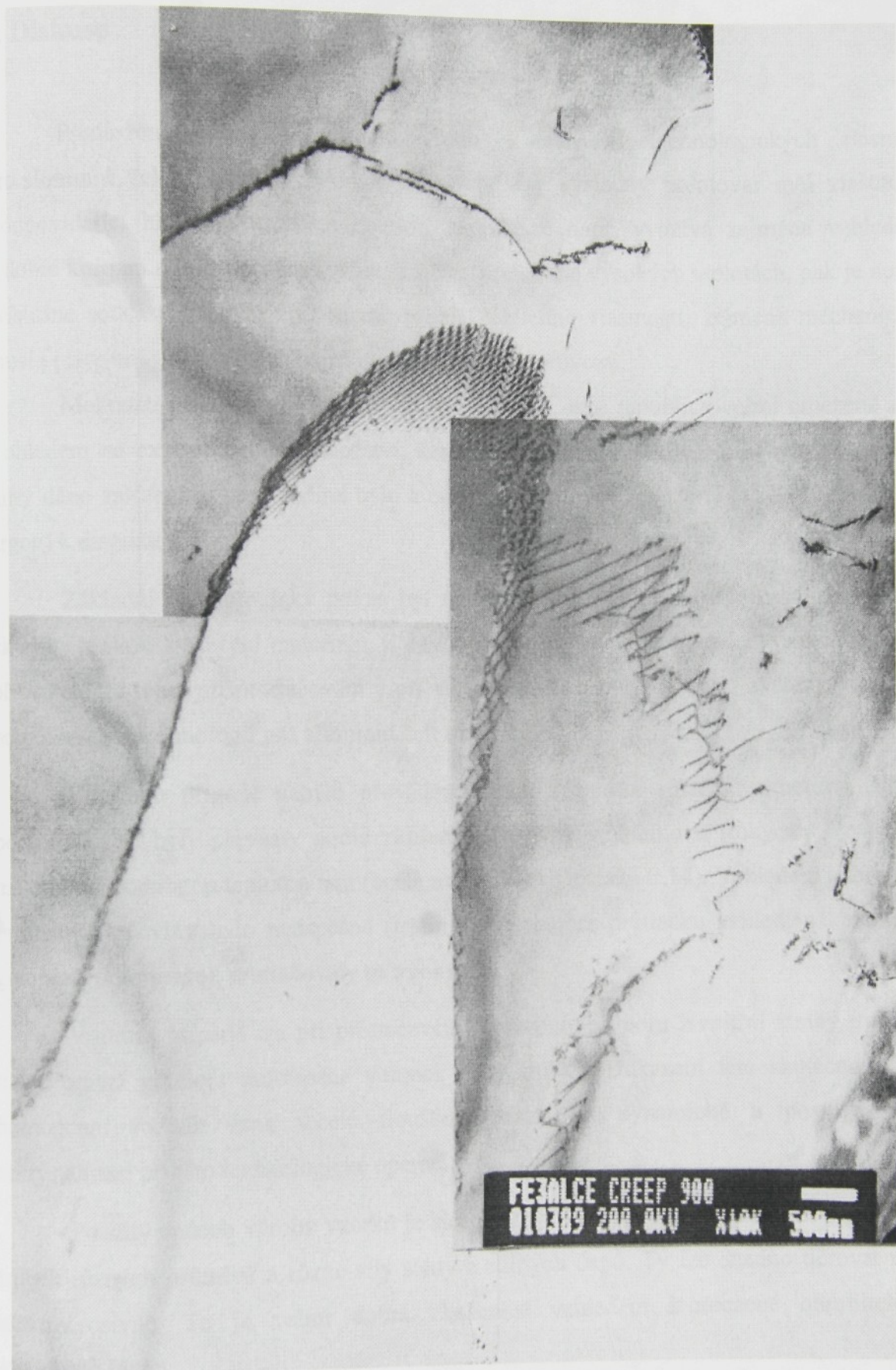
Při dislokačním creepu při 600°C je možno usuzovat na působení částic souvisejících s přítomností částic céru [38] jako překážek pohybu dislokací. Při vyšších teplotách překážky v materiálu přetrvávají (nerozpouštějí se), ale dislokace v průběhu dlouhodobého creepu zaujmou stabilní konfigurace, charakteristické pro rekrystalizovaný stav (dynamicky nebo postdynamicky nelze rozlišit vzhledem k historii vzorků po přetržení – zůstávají po určitou dobu na teplotě v creepové aparatuře).



Obr. 55 Dislokační struktura Fe₂₈Al₄CrCe po deformaci creepem při 600°C



Obr. 56 Dislokační struktura Fe₂₈Al₄CrCe po deformaci creepem při 700°C



Obr. 57 Dislokační struktura Fe₂₈Al₄CrCe po deformaci creepem při 900°C

5. Diskuse

Předložená práce je úvodní studií k stanovení technologických postupů pro aluminid železa typu $\text{Fe}_{28}\text{Al}_{4}\text{Cr}$ takových, aby výsledný polotovár měl vlastnosti s odpovídající hladinou užitných hodnot. Jestliže se např. využívá zejména vzhledem k dobré korozní odolnosti vůči kyslíku a síře při relativně vysokých teplotách, pak je nutné příslušné součásti určitým způsobem vyrobit. Výsledné vlastnosti, zejména mechanické, musí i při vysokých teplotách zajišťovat spolehlivost provozu.

Možnosti prvotního přetváření odlitků byly v České republice velmi omezené a to s ohledem na experimentální množství, která byla odlévána. Také odlití bylo do značné míry dáno zařízením, které jediné bylo k odlití plánovaných množství (15-20kg, vakuum, argon) k dispozici.

Základní technologický pokus byl učiněn při vlastní přípravě vzorků pro tahové zkoušky a zkoušky tečení materiálů. Z důvodů již zmíněných se použilo vysokého stupně přetváření za tepla při protlačování a při válcování. Tím byly *de facto* ověřeny možnosti použití těchto technologií pro aluminid železa.

V prvním případě nebylo prováděno žádné zkoušení různých experimentálních podmínek. Ty byly převzaty podle zkušeností lisovny v Hrádku u Rokycan s tvářením materiálů s podobnou teplotou tání (oceť na kuličková ložiska tř.14). Vzhledem k tomu, že protlačení tyčoviny bylo neúspěšné (trhlina přes průměr průtlačku vzhledem k velkému gradientu deformace), protlačovaly se trubky.

V tomto případě trn při protlačování reprezentuje oporu z vnitřní strany trubky a navíc omezí gradient deformace v rámci stěny trubky. Důkazem této skutečnosti je i homogenní rozměr zrna v celé tloušťce trubky po dynamické a postdynamické rekrytalizaci při této technologické operaci.

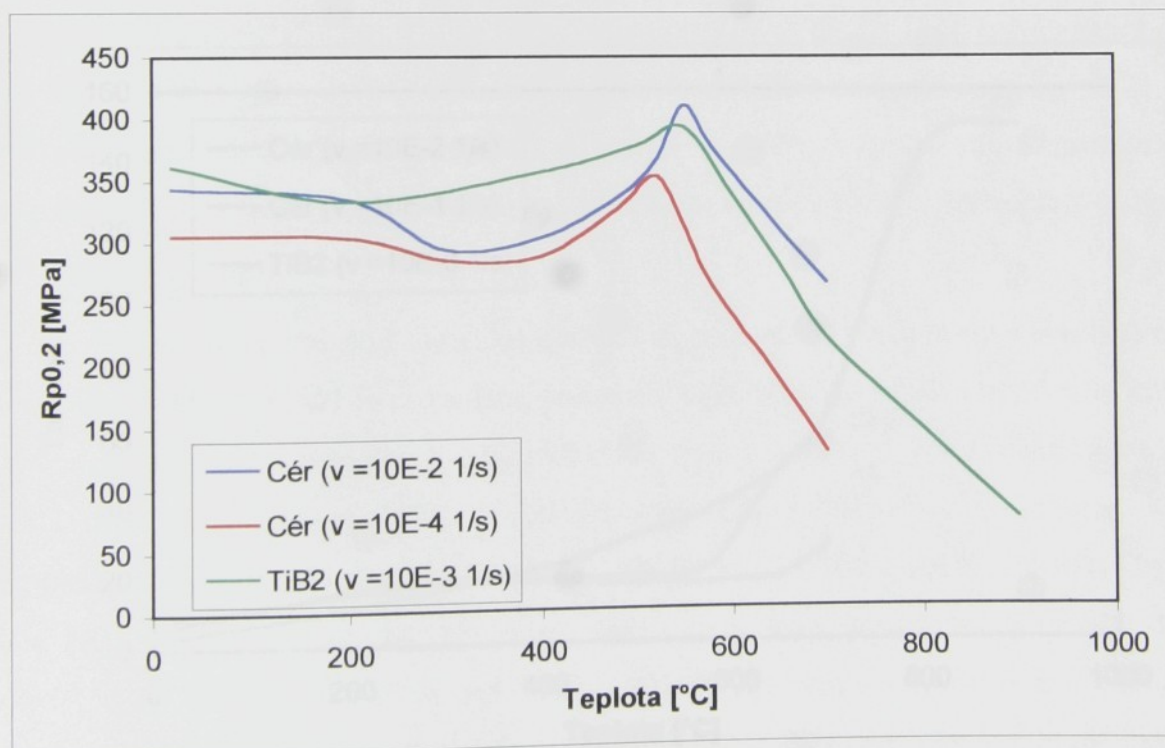
Použitý způsob výroby vzorků je sice složitý, ale poskytl ověření možnosti výroby trubek různých průměrů a různé síly stěny z odlitých čepů. Ty lze snadno děrovat např. elektroerosivně. To je velmi dobrá zkušenost vzhledem k omezené obrobitelnosti aluminidů [5, 8].

V druhém případě byly ploché odlitky válcovány postupně s meziohřevy na tloušťku potřebnou pro výrobu vzorků pro zkoušky tečení. Vlastnostem a struktuře plechů z aluminidu $\text{Fe}_{28}\text{Al}_{4}\text{Cr}$ po válcování za tepla je věnovaná pozornost jinde [39]. Ukázalo

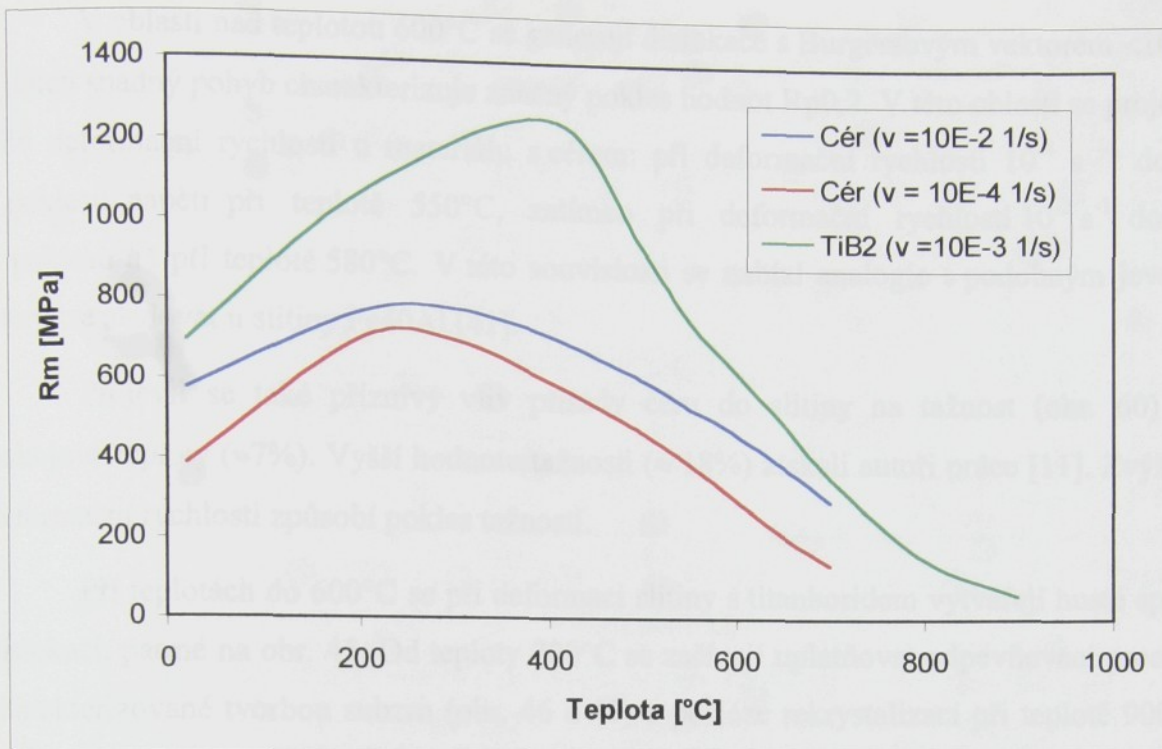
se, že problematiku válcování aluminidu železa je nutno dále sledovat pro zjištění podmínek k získání i tenkých plechů. Tím je stimulován výzkum, který se provádí v rámci jiné disertační práce ve spolupráci s TU-VŠB Ostrava.

Mechanické vlastnosti

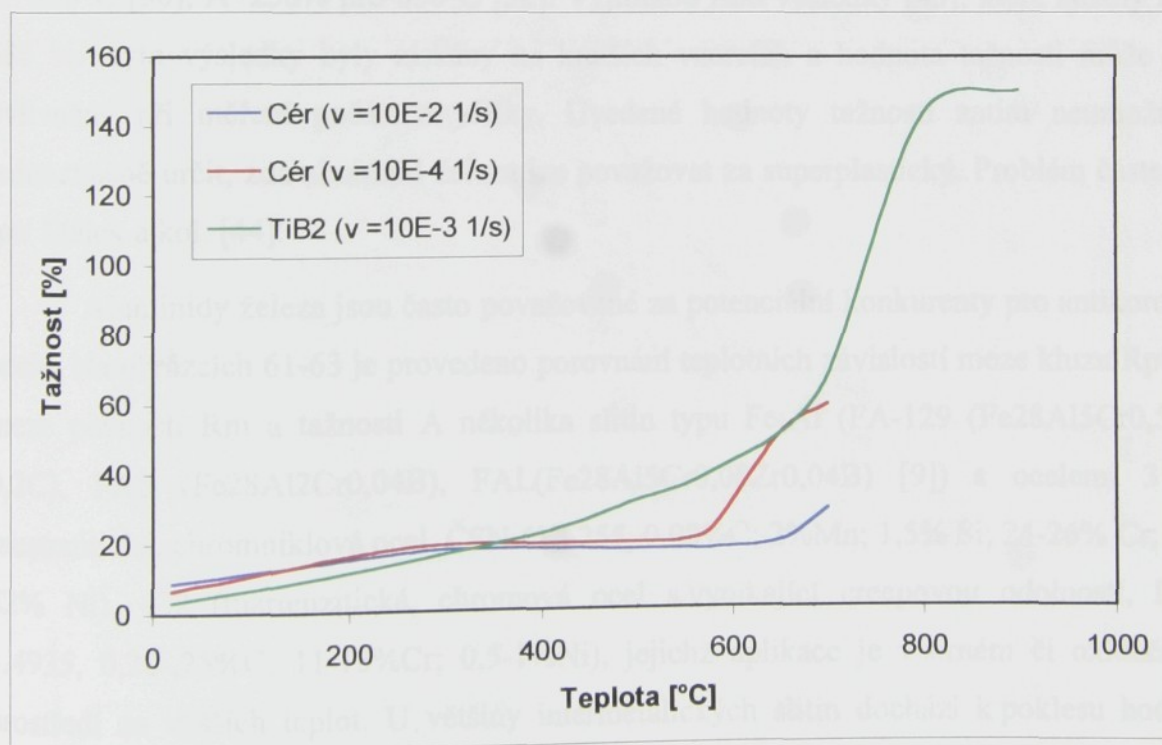
V závislosti $R_{p0,2}$ (obr.58) na teplotě u materiálu $Fe28Al4CrCe$ dochází k mírnému poklesu hodnot až do teplot okolo $300^{\circ}C$. Poté dochází k vzrůstu hodnot $R_{p0,2}$ (rozdíl napětí při $300^{\circ}C$ a maximem je téměř 120 MPa). U materiálu $Fe28Al4CrTiB_2$ dochází k poklesu do teplot $200^{\circ}C$. Tato anomálie byla popsána a existují o ní různé názory. Jednak je spojována s přechodem uspořádání $D0_3 \leftrightarrow B2$ [40]. Jako příčina se ale také uvádí, že při deformaci, která probíhá pohybem superdislokací s Burgesovým vektorem $\langle 111 \rangle$ disociovaných do 4 dislokací $a'_0/4 \langle 111 \rangle$, se většina superdislokací $\langle 111 \rangle$ šplháním přemísťují do jiných rovin typu $\{110\}$ a působí jako překážky pro skluz zbývajících superdislokací $\langle 111 \rangle$ [6].



Obr. 58 Porovnání $R_{p0,2}$ u aluminidů železa s přísadou céru a TiB_2



Obr. 59 Porovnání R_m u aluminidů železa s přísadou céru a TiB_2



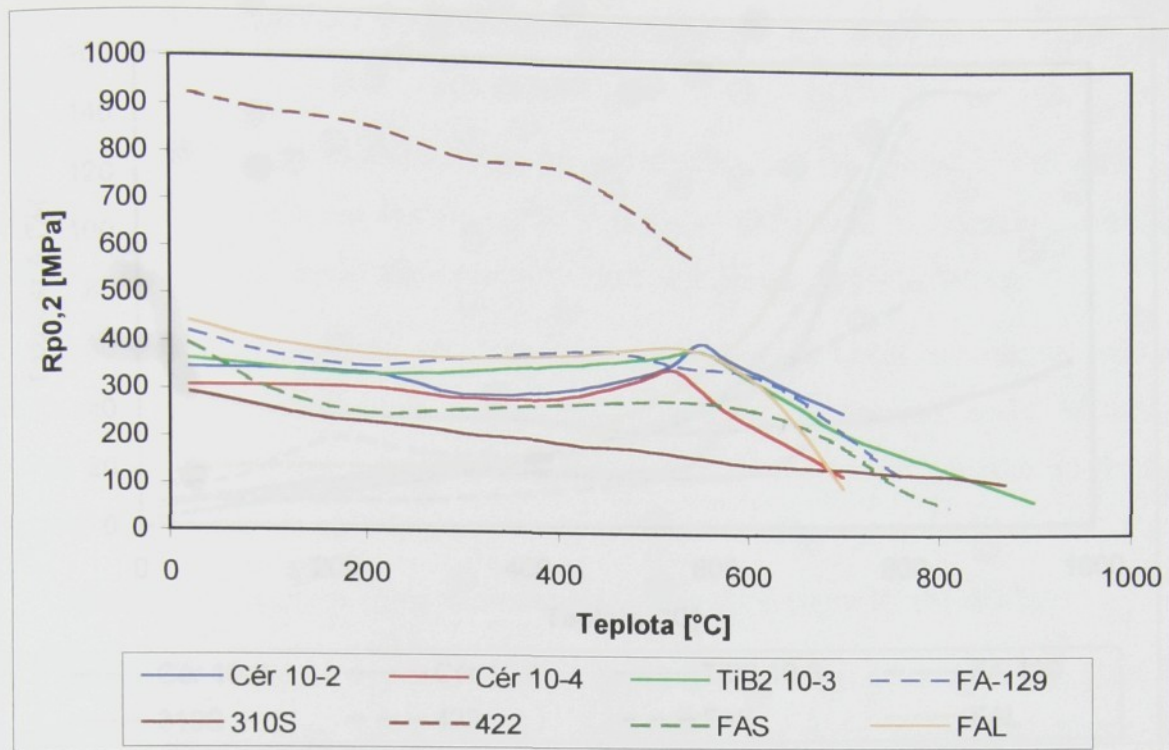
Obr. 60 Porovnání tažnosti A u aluminidů železa s přísadou céru a TiB_2

V oblasti nad teplotou 600°C se generují dislokace s Burgersovým vektorem $\langle 100 \rangle$ a jejich snadný pohyb charakterizuje značný pokles hodnot $R_{p0,2}$. V této oblasti se projevil vliv deformační rychlosti u materiálu s cérem: při deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1} došlo k poklesu napětí při teplotě 550°C, zatímco při deformační rychlosti 10^{-2} s^{-1} došlo k poklesu až při teplotě 580°C. V této souvislosti se nabízí analogie s podobným jevem, který lze sledovat u slitiny Fe40Al [41].

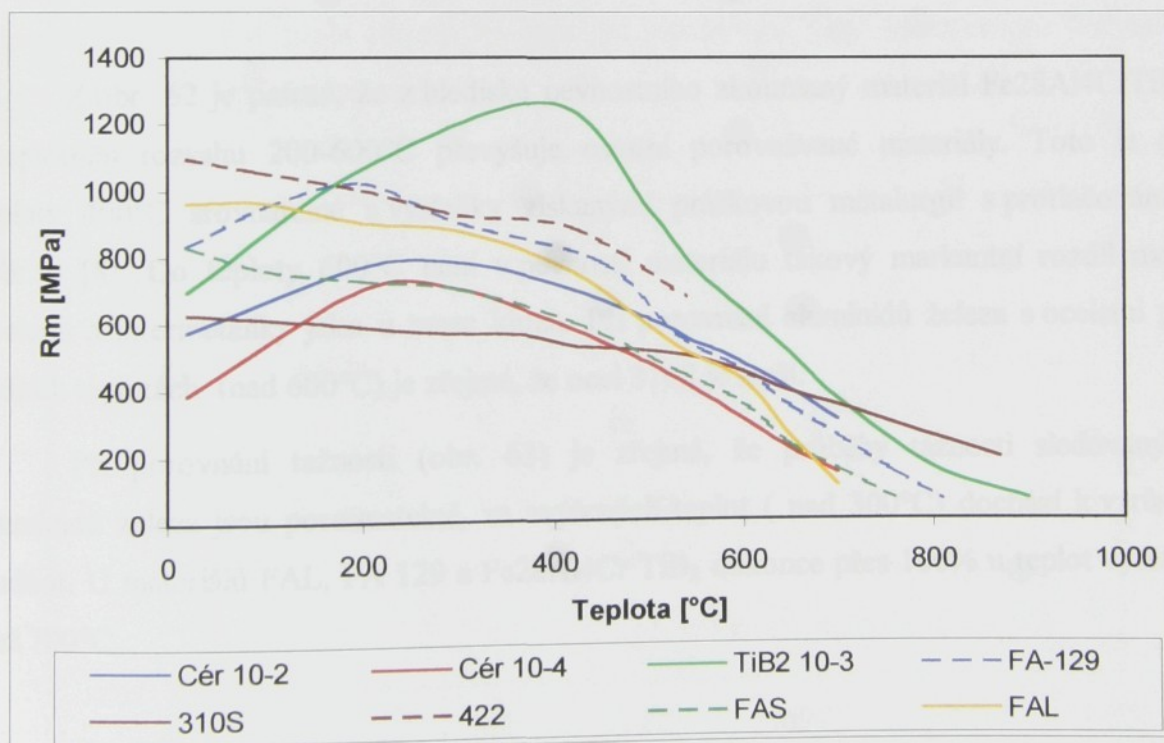
Projevil se také příznivý vliv přísady céru do slitiny na tažnost (obr. 60) za pokojové teploty ($\approx 7\%$). Vyšší hodnotu tažnosti ($\approx 18\%$) získali autoři práce [11]. Zvýšení deformační rychlosti způsobí pokles tažnosti.

Při teplotách do 600°C se při deformaci slitiny s titanboridem vytvářejí husté spleti dislokací, patrné na obr. 45. Od teploty 700°C se začínají uplatňovat odpevňovací procesy charakterizované tvorbou subzrn (obr. 46 a 47) a posléze rekrystalizací při teplotě 900°C (obr. 48). Při 800 a 900°C bylo dosaženo deformace 143% resp. 150%. Tyto hodnoty jsou pod spodní hranicí superplasticity (obecně uznávaná hranice je 200% [42]), ale podobné hodnotám nedávno získaných u materiálu Fe₃Al při srovnatelných podmínkách: $A=180\%$ při 800°C [30], $A=250\%$ pro 850°C [32]. Výjimkou jsou výsledky [43], které zjistily $A = 585 \%$. Tyto výsledky byly získány na kratších vzorcích a hodnota tažnosti může být ovlivněna při měření počáteční délky. Uvedené hodnoty tažnosti zatím neumožňují jednoznačně určit, zda aluminid železa lze považovat za superplastický. Problém částečně řeší Málek a kol. [44].

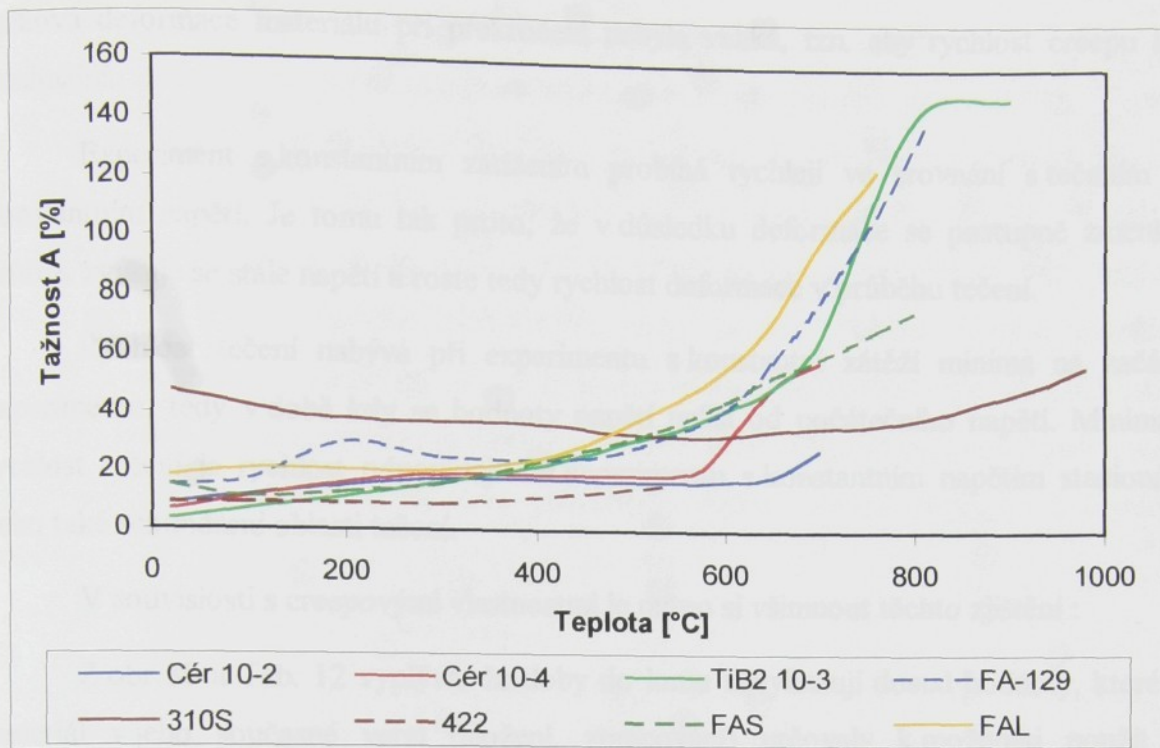
Aluminidy železa jsou často považované za potenciální konkurenty pro antikorozi ocele. Na obrázcích 61-63 je provedeno porovnání teplotních závislostí meze kluzu $R_{p0,2}$, meze pevnosti R_m a tažnosti A několika slitin typu Fe₃Al (FA-129 (Fe28Al5Cr0,5Nb 0,2C), FAS (Fe28Al2Cr0,04B), FAL(Fe28Al5Cr0,08Zr0,04B) [9]) s oceli 310S (austenitická, chromniklová ocel, ČSN 417 255, 0,08%C; 2%Mn; 1,5% Si; 24-26% Cr; 19-22% Ni), 422 (martenzitická, chromová ocel s vynikající creepovou odolností, DIN 1.4935, 0,20-0,25%C; 11-13%Cr; 0,5-1%Ni), jejichž aplikace je v sirném či oxidačním prostředí za vyšších teplot. U většiny intermetalických slitin dochází k poklesu hodnot mezi kluzu v rozmezí teplot 200-300°C a poté k mírnému vzrůstu hodnot - obr. 64. Ve srovnání s hodnotami ocelí se aluminidy železa pohybují mezi nimi.



Obr. 61 Porovnání zjištěných hodnot $R_{p0,2}$ zkoumaných slitin Fe28AlCr s ocelmi typu 422[45] a 310S[45] a aluminidy FA-129, FAS a FAL [9]



Obr. 62 Porovnání zjištěných hodnot R_m zkoumaných slitin Fe28AlCr s ocelmi typu 422[45] a 310S[45] a aluminidy FA-129, FAS a FAL [9]



Obr. 63 Porovnání zjištěných hodnot tažnosti zkoumaných slitin $\text{Fe}_{28}\text{AlCr}$ s oceli typu 422[45] a 310S[45] a aluminidy FA-129, FAS a FAL [9]

Z obr. 62 je patrné, že z hlediska pevnostního zkoumaný materiál $\text{Fe}_{28}\text{AlCrTiB}_2$ v teplotním rozsahu 200-600°C převyšuje ostatní porovnávané materiály. Toto je od teploty 400°C srovnatelné s výsledky získanými práškovou metalurgií s protlačováním (obr.9) [8]. Do teploty 600°C není v pevnosti materiálu takový markantní rozdíl mezi oceli a intermetaliky jako u meze kluzu. Při porovnání aluminidů železa s oceli při vyšších teplotách (nad 600°C) je zřejmé, že ocel 310S je lepší.

Při porovnání tažností (obr. 63) je zřejmé, že průběhy tažnosti sledovaných aluminidů železa jsou porovnatelné, za zvýšených teplot (nad 300°C) dochází k vzrůstu hodnot. U materiálů FAL, FA 129 a $\text{Fe}_{28}\text{AlCrTiB}_2$ dokonce přes 100% u teplot vyšších než 700°C.

Creepové zkoušky

Zkoušky tečení sloužily k odhadu možnosti nasadit zkoumané aluminidy železa dlouhodobě za vysokých teplot. Při experimentu s konstantní zátěží se sleduje zejména doba do lomu při různých velikých zátěžích a při různých teplotách. Při tom je důležité, aby

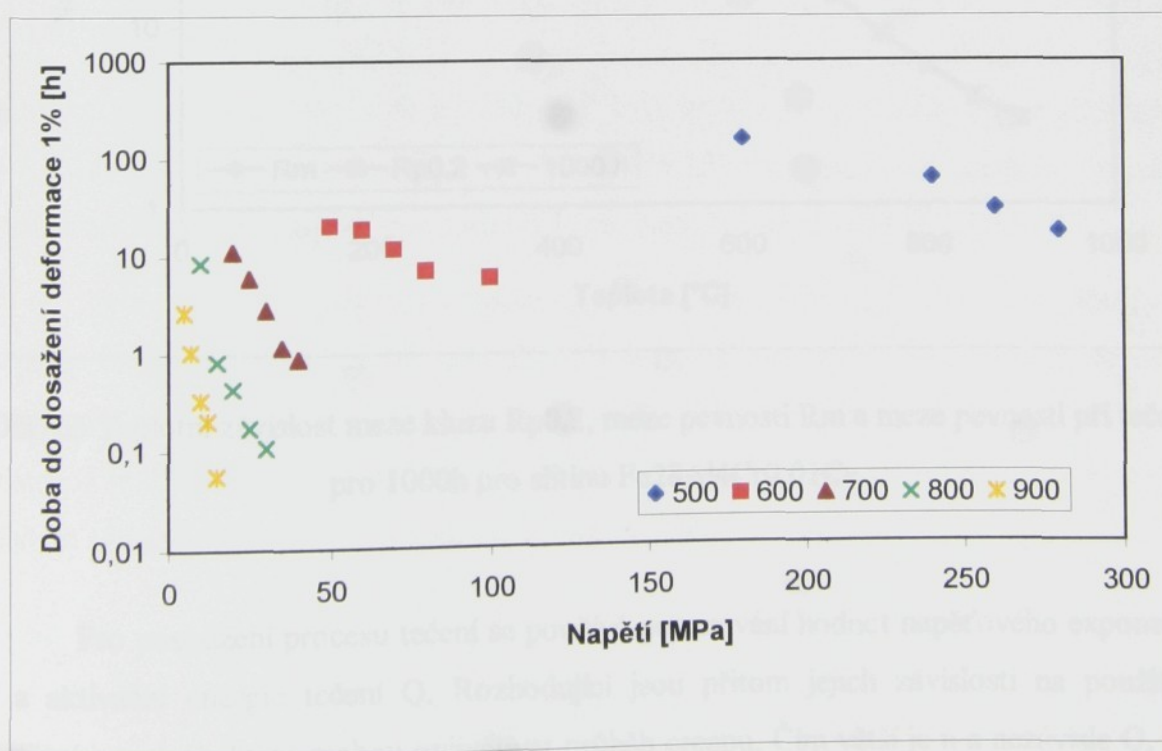
celková deformace materiálu při překročení nebyla velická, tzn. aby rychlost creepu byla minimální.

Experiment s konstantním zatížením probíhá rychleji ve srovnání s tečením při konstantním napětí. Je tomu tak proto, že v důsledku deformace se postupně zmenšuje průřez, zvyšuje se stále napětí a roste tedy rychlost deformace v průběhu tečení.

Rychlost tečení nabývá při experimentu s konstantní zátěží minima na začátku experimentu, tedy v době kdy se hodnoty napětí neliší od počátečního napětí. Minimální rychlost tečení je rychlost odpovídající v experimentu s konstantním napětím stacionární nebo také sekundární oblasti tečení.

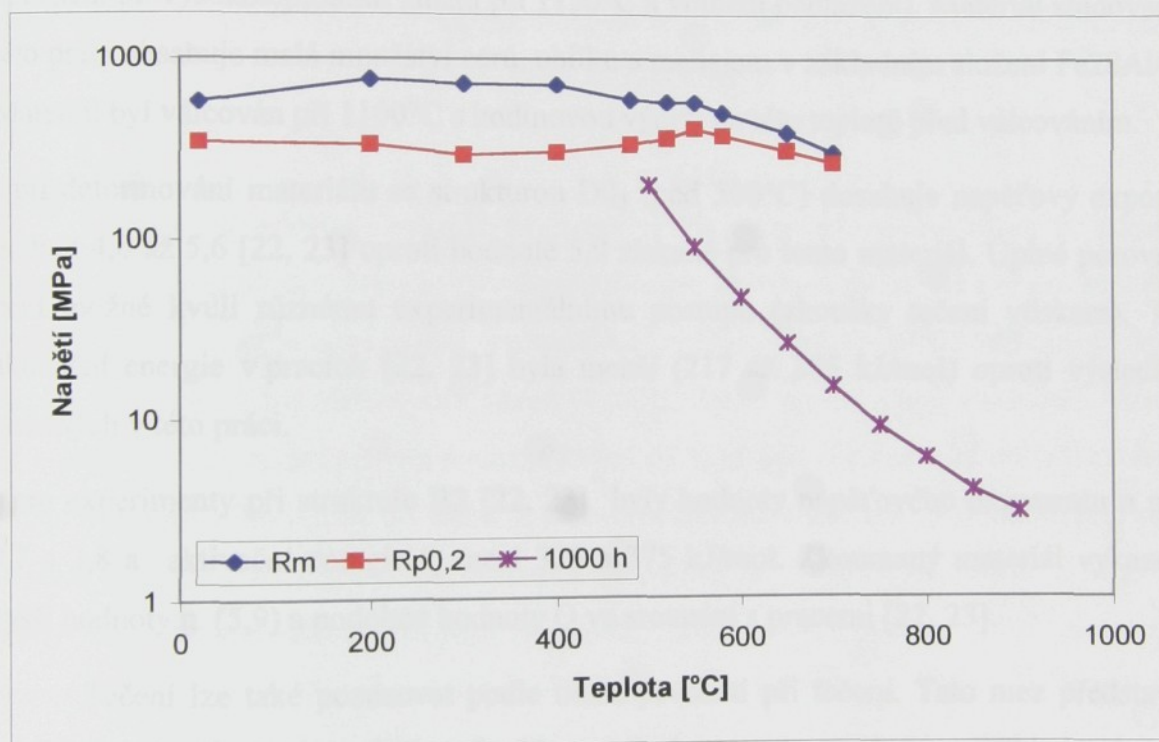
V souvislosti s creepovými vlastnostmi je nutno si všimnout těchto zjištění :

Z obr 30 a Tab. 12 vyplývá, že doby do lomu nevykazují dosud hodnoty, které by materiál v jeho současné verzi (složení, zpracování) určovaly k možnosti použít jej k aplikacím při teplotách v okolí 600°C. Také celková deformace při porušení je příliš velická. K posouzení vysokoteplotní použitelnosti materiálu je obvyklá závislost času, při němž se docílí deformace 1% v závislosti na zatížení při různých teplotách – obr. 64. Z tohoto schématu je zcela zřejmé, že aluminid v testované verzi je zatím pro technické aplikace z tohoto hlediska nevhodný.



Obr. 64 Meze tečení 1% v závislosti na teplotě a napětí

Na obr. 65 je pro sledovaný aluminid $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{Cr}_{0,02}\text{Ce}$ vynesena teplotní závislost základních mechanických charakteristik a meze pevnosti při tečení při 1000h. Teplotní závislost meze pevnosti při tečení vyznačuje oblast teplot, kdy pevnostní návrh je nutno provádět již s přihlédnutím ke creepovému poškození. Z obrázku 65 je zřejmé, že pevnostní charakteristiky se do teploty 580°C příliš nemění a teprve nad touto teplotou začíná pokles. Z konstrukčního hlediska lze tedy vycházet v oblasti nižších teplot (do 500°C) z pevnostních vlastností při pokojové teplotě ($R_{p0,2} \sim 300\text{MPa}$, $R_m \sim 600\text{MPa}$). Plasticita studovaného materiálu je z tohoto hlediska dostatečná a tato skutečnost je velmi pozitivní zejména pro eliminaci vlivu případných vrubů, defektů či jiných koncentrátů napětí.



Obr. 65 Teplotní závislost meze kluzu $R_{p0,2}$, meze pevnosti R_m a meze pevnosti při tečení pro 1000h pro slitinu $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{Cr}_{0,01}\text{Ce}$

Pro posouzení procesu tečení se používá posuzování hodnot napětíového exponentu n a aktivační energie tečení Q . Rozhodující jsou přitom jejich závislosti na použitém zatížení a teplotě, které mohou ovlivňovat průběh creepu. Čím větší je n a nezávisle Q , tím větší je creepová odolnost. Stacionární rychlost tečení v materiálu s dobrou creepovou odolností je obecně menší ve srovnání s materiálem s horší creepovou odolností.

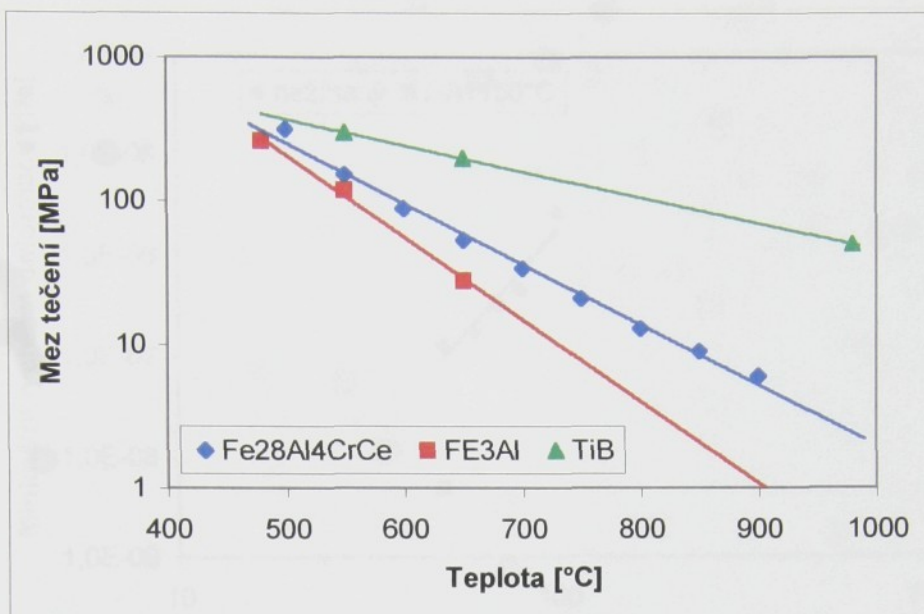
Creepovou odolnost (mez pevnosti při tečení, mez tečení) lze zvýšit použitím příměsového a/nebo precipitačního zpevnění.

Provedená strukturní pozorování (optická i transmisní mikroskopie) umožňují učinit si pouze představu o charakteru a rozložení větších překážek při dislokačním creepu. Takovými jsou malé částice chromového precipitátu (obr. 41).

Porovnáním získaných dat s výsledky jiných autorů [20-23] lze říci následující :

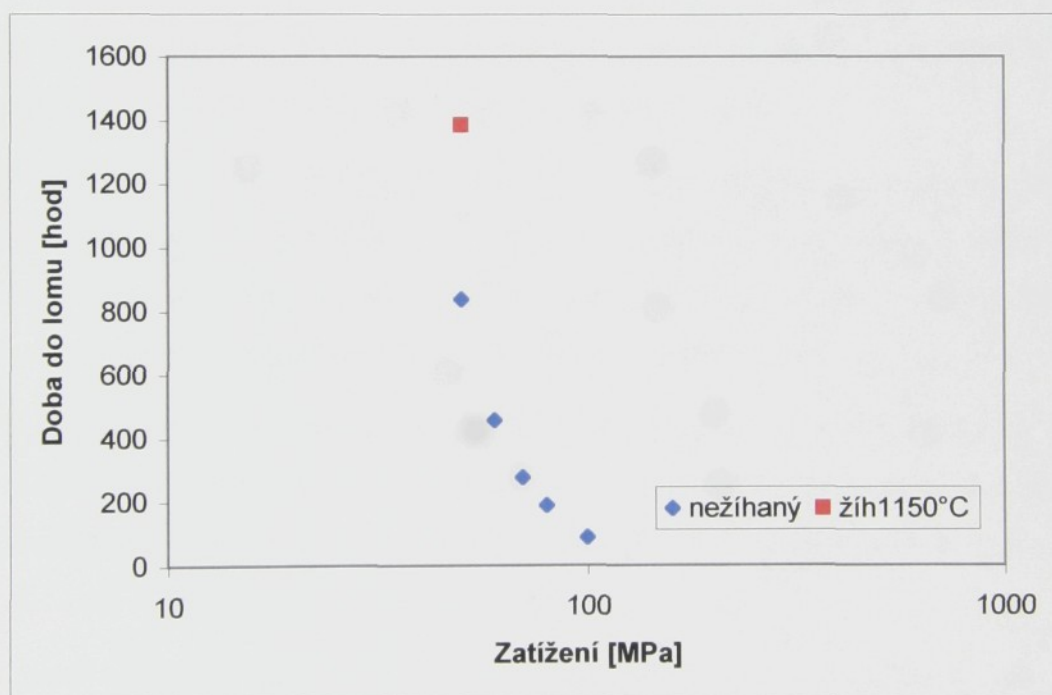
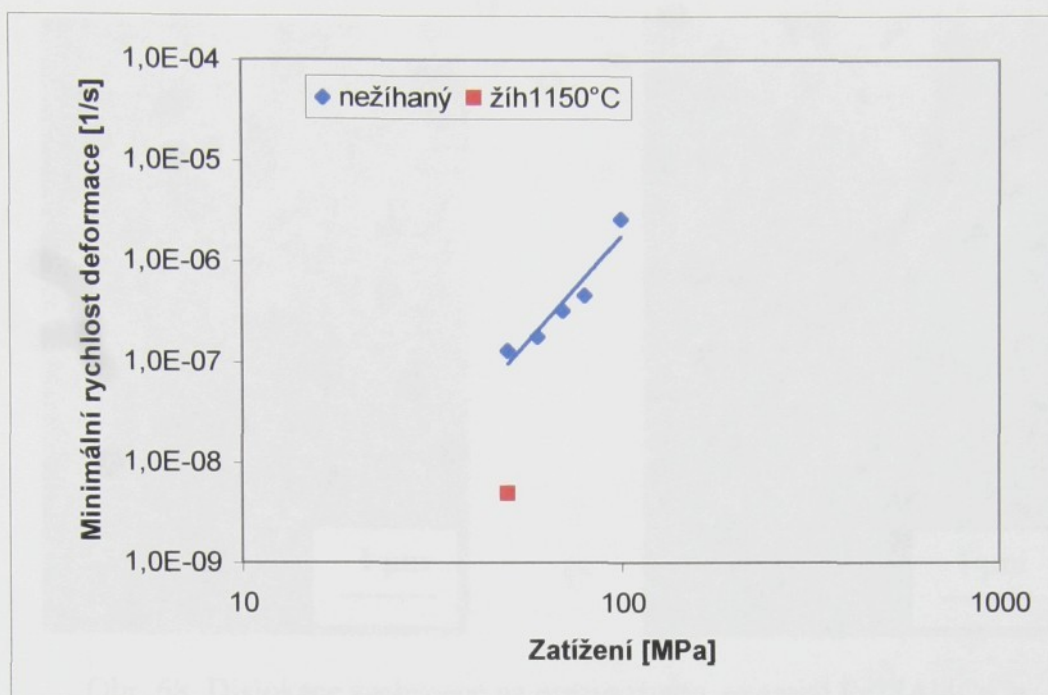
- slitina byla deformovaná při teplotách, při nichž má strukturu B2, s výjimkou experimentu při 500°C
- hodnoty $Q = 350$ a 590 kJ/mol a $n = 10$ až 20 z práce [20] jsou způsobeny větším množstvím legur, které způsobují kombinovaný efekt příměsového a precipitačního zpevnění po vysokoteplotním žhání při 1150°C a volném ochlazení). Materiál studovaný v této práci obsahuje malá množství céru, uhlíku a manganu v základním složení Fe₂₈Al₄Cr. Materiál byl válcován při 1100°C s hodinovou výdrží na této teplotě před válcováním.
- při deformování materiálu se strukturou D0₃ (pod 500°C) dosahuje napěťový exponent hodnot 4,0 až 5,6 [22, 23] oproti hodnotě 5,9 získané pro tento materiál. Úplné porovnání není možné kvůli různému experimentálnímu postupu (zkoušky tečení vtiskem). Také aktivační energie v pracích [22, 23] byla menší (217 až 285 kJ/mol) oproti výsledkům získaných v této práci.
- pro experimenty při struktuře B2 [22, 23] byly hodnoty napěťového exponentu n mezi 2,7 a 3,8 a aktivační energie Q mezi 325 a 375 kJ/mol. Zkoumaný materiál vykazoval vyšší hodnoty n (5,9) a podobné hodnoty Q ve srovnání s pracemi [22, 23].

Tečení lze také posuzovat podle meze pevnosti při tečení. Tato mez představuje napětí, které při dané teplotě způsobí porušení za stanovený čas. Příklad takového posouzení tří slitin na bázi Fe₃Al je na obr. 66 [46]. Z grafu je zřejmé, že zkoumaný materiál má z tohoto hlediska lepší výsledky, než binární slitina Fe₃Al, ale nedosahuje hodnot získaných práškovou metalurgií s legurou TiB₂.

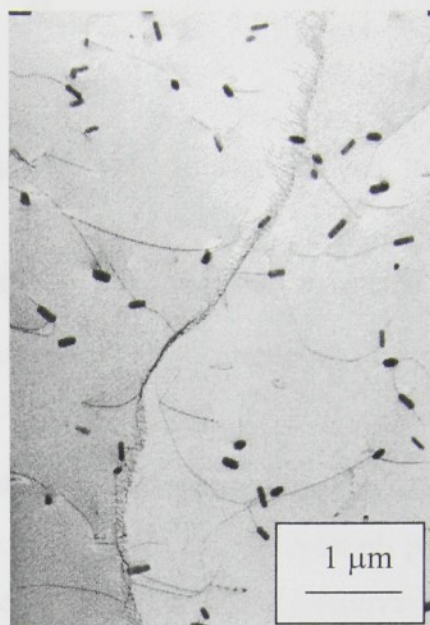


Obr. 66 Mez teční při 100h pro intermetalika na bázi Fe_3Al (Fe_3Al , prášková slitina Fe_3Al + TiB_2 [46], $\text{Fe}_{28}\text{Al}_4\text{CrCe}$)

Popsané experimenty ukazují, že creepové vlastnosti aluminidu železa ve stávající úpravě jsou nedostatečné. Jako bylo výše naznačeno, je jednou z cest ke zvýšení creepové odolnosti také tepelné zpracování vedoucí ke zvýšení hustoty překážek dislokačnímu pohybu. Orientačně byl zjištěn vliv žhání ($1150^\circ\text{C}/2\text{hod}$) na creepové vlastnosti. Vzorek byl volně ochlazen na pokojovou teplotu. Z obr. 67 je zřejmé, že došlo ke snížení rychlosti creepu a k prodloužení doby do lomu. Z tohoto počátečního pokusu vyplývá, že tato cesta (zvýšení hustoty precipitátu a rozpuštěných substitučních příměsových atomů v mříži) by mohla vést k zlepšení creepových vlastností tohoto intermetalika. Tuto skutečnost podporuje např. obr. 68. V současné době jsou již k dispozici výsledky, které tuto skutečnost potvrzují [47].



Obr. 67 Porovnání creepových vlastností pro nežíhaný stav a žíhaný při 1150°C s výdrží
 2hod : a) minimální rychlost tečení, b) doba do lomu



Obr. 68 Dislokace zachycené na precipitátech, materiál Fe₂₈Al₄CrCe

6. ZÁVĚR

1. Bylo ověřeno, že v České republice je možno vyrobit ze sledovaných materiálů válcováním za tepla plechy a protlačováním za tepla trubky. Také bylo zjištěno, že obrábění řezáním, soustružením, frézováním, vrtáním a broušením je realizovatelné.
2. Poprvé v ČR byly komplexně sledovány (zejména vysokoteplotní) mechanické vlastnosti slitin na bázi aluminidu železa Fe_3Al .
3. Vliv sledovaných přísad do základní slitiny $\text{Fe}_{28}\text{Al}_{4}\text{Cr}$ hovoří ve prospěch TiB_2 proti Ce, uvažujeme-li hodnoty napětí $R_{p0,2}$ a R_m . Tažnost materiálu s Ce je vyšší při pokojové teplotě, zatímco při vyšších teplotách dominuje přísada TiB_2 . u posledně jmenované slitiny byla registrována při teplotách 800°C a 900°C tažnost připomínající superplasticitu.
4. Hodnoty dosažených napětí $R_{p0,2}$ a R_m a tažnosti byly na úrovni podobných materiálů používaných v zahraničí (někdy je i předčí). Zkoumaný materiál se v určitých teplotních intervalech vyrovná materiálu získanému práškovou metalurgií.
5. Při posuzování creepových vlastností se ukázalo, že materiál má zatím nedostatečnou creepovou odolnost. Projevilo se to zejména vysokou rychlostí tečení a velkou finální plasticitou. Byl naznačen a ověřen způsob jak creepovou odolnost zlepšit (blokování dislokací vytvořením precipitátů vhodným tepelným zpracováním).
6. Při vysokoteplotních deformacích dochází z fyzikálně metalurgického hlediska k dynamickým odpevňovacím procesům, které lze identifikovat jako dynamickou a postdynamickou rekrytalizaci. Bylo možno také přibližně stanovit rekrytalizační teplotu pro válcované plechy, použité k výrobě vzorků.
7. Popsané výsledky umožňují určit směr dalšího výzkumu zaměřeného na zlepšení vlastností aluminidů železa na bázi Fe_3Al úpravou technologických postupů.
8. Na základě provedených experimentů je možný výhled dalších experimentů do budoucnosti před konstrukčním použitím slitin na bázi aluminidu železa Fe_3Al v České republice. Jedná se v zejména o (bez pořadí důležitosti)
 - zjištění svařitelnosti v závislosti na způsobu a na složení slitiny.
 - stanovení obrobitelnosti (zvláště třískového obrábění) a jejího zlepšení vhodnými legurami

- pozornost je nutno věnovat stanovení korozní odolnosti v sírném a oxidačním prostředí za vyšších teplot
- probíhá již detailní výzkum tváření plechů s cílem získat tenké plechy vhodné pro plátování (použití v korozním prostředí). Komplexní výzkum protlačování trubek se z hlediska předpokládaných nákladů jeví jako nereálný.

LITERATURA

- [1] Pospíšil, D.: Rekrystalizační a zotavovací procesy v intermetalické sloučenině Fe₂₈Al₁₄Cr_{0,1}Ce, [Diplomová práce], Liberec, TU Liberec, 1997
- [2] Holas, S.: Vliv tepelného zpracování aluminidu železa Fe₃Al s přidavkem céru na tváritelnost při pokojové teplotě, [Diplomová práce], Liberec, TU Liberec, 1998
- [3] Kratochvíl, P., Vodičková, V., Šedivá, I.: Struktura a mechanické vlastnosti aluminidu železa Fe₂₈Al₅Cr s přísadami céru a titanboridu, Hutnické listy 9/2000, 19-21
- [4] Kratochvíl, P., Šedivá, I., Hakl, J., Vlasák, T.: Creep behaviour the intermetallic alloy Fe₂₈Al₃Cr with Ce additive, Kovové materiály 40, 2002, č. 2, 124-131
- [5] McKamey, C.G.: Iron Aluminides, in Physical Metallurgy and processing of Intermetallic Compounds, eds. Stoloff N.S., Sikka V. K., 1994, 351-391
- [6] Moriss, D.G. Peguiron, D.: Yield stress and stress anomaly in an Fe₃Al alloy, Philosophical Magazine A, 1995, 441-463
- [7] Karlík, M., Kratochvíl, P., Janeček, M., Siegl, J., Vodičková, V.: Tensile deformation and fracture micromorphology of an Fe-28Al-4Cr-0.1Ce alloy, Mater. Sci. Eng. , A289 (2000) 182-188
- [8] McKamey, C.G., DeVan, J.H., Tortorelli, P.F., Sikka, V.K.: A review of recent developments in Fe₃Al-based alloys, J. Mater. Res., 1991, 1779-1805
- [9] Vedula, K.: FeAl and Fe₃Al, Intermetallic Compounds, eds. J.H. Westbrook and R.L.Fleischer, 1994, 199-2095
- [10] Nishino, Y., Asano, S., Ogawa, T.: Phase stability and mechanical properties of Fe₃Al with addition of transition elements, Mater. Sci. Eng. A234-236, 1997, 271-274
- [11] Yangshan, S., Zhengjun, Y., Zhonghua, Z., Haibo, H. : Mechanical properties of Fe₃Al-based alloys with cerium addition, Scripta metal. Material, 1995, 811-817
- [12] Karlík, M., Kratochvíl, P.: Intermetalické fáze – nové konstrukční materiály, výzkumná zpráva č.103/91, VÚK Panenské Břežany, 1991, 55s
- [13] Kopeček, J.: Fázové transformace ve vybraných binárních uspořádaných slitinách, [Diplomová práce], Praha, MFF UK Praha, 1997

- [14] Sikka, V.K.: Processing of Aluminides, in Physical Metallurgy and processing of Intermetallic Compounds, eds. Stoloff N.S., Sikka V. K., 1994, 561- 585
- [15] Veleš, P. : Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov, ALFA, 1989
- [16] McKamey, C.G., Maziasz, P.J., Jones, J.W.: Effect of addition of molybdenum or niobium on creep-rupture properties of Fe₃Al, J. Mater. Res. 7, 1992, 2089-2106
- [17] Sastry,D.A., Sundar, R.S.: High-temperature behaviour of intermetallic, in Inter. Symp. on Ni and Fe Aluminides Processing, Properties and Applications, eds. Deevi S.C., Sikka V.K., Masiasz P.J., Cahn R.W., ASM, 1996, 123.
- [18] Yangshan, S., Zhonghua, Z., Feng, X., Xinquan, Y. : Tensile and creep properties of Fe₃Al-based alloys containing tungsten, Mater. Sci. Eng. A258, 1998, 167-172
- [19] Morris, D.G., Nazmy, M., Nosedo, C.: Creep resistance in new alloy based on Fe₃Al Scr. Metall. Mater. 31, 1994, 173-178
- [20] McKamey, C.G., Maziasz, P.J.: Heat treatment effects for improved creep-rupture resistance of a Fe₃Al-based alloy, Intermetallics 6, 1998, 303-314
- [21] McKamey, C.G., Mareo-Santos, Y., Maziasz, P.J.: Effect of heat treatment at 1150°C on creep-rupture properties of a Fe₃Al-based alloy, in Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 364, 1995, 249-254
- [22] Sundar, R.S., Kutty, T.R.G., Sastry,D.H.: Hot hardness and creep of Fe₃Al-based alloys, Intermetallics 8, 2000, 427-437
- [23] Sundar, R.S., Sastry,D.H.: Creep behaviour of Fe₃Al-based alloys in D0₃ phase field, Intermetallics 8, 2000, 1061-1065
- [24] Sikka, V.K.: High temperature deformation of Ni₃Al, In Samanta SK et al, editors. Interdisciplinary issues in materials processing and manufacturing, New York, ASME 1987, p.451
- [25] Nieh, T.G., Oliver, W.C.: Superplasticity of a nickel silicide Ni₃Si, Scripta Metal 1989, 23, 851-854
- [26] Kim, M.S., Hanada, S., Watanabe, S. Izumi, O.: Superplasticity in a recrystallized Ni₃Al polycrystal doped with boron, Mater Trans JIM 1989, Vol. 30, 77-85

- [27] Ridley, N., Islam, M.F., Pilling, J.: Superplasticity and diffusion bonding of microduplex super alpha 2, Structural intermetallics, The Minerals, Metals and Mater.Sci.Soc., Warrendale, PA 1993, 63-68
- [28] Li, D., Shan, A., Liu, Y., Lin, D.: Study of superplastic deformation in an FeAl based alloy with large grains, in. Scr. Metall. Mater. 33, 1995, 681-685
- [29] Li, D., Lin, D.: Microstructural evolution and activation energy during superplastic deformation of FeAl based intermetallics, Scr. Metall. Mater. 36, 1997, 1289-1294
- [30] Chu, J.P., Liu, I.M., Wu, J.H., Kai, W., Wang, J.Y., Inoue, K.: Superplastic deformation in coarse-grained Fe-27Al alloys, Mater Sci Eng A258, 1998, 236-242
- [31] Lin, D., Liu, Y.: Microstructural evolution and mechanism of superplasticity in large-grained iron aluminides, Mater. Sci Eng A268, 1999, 83-89
- [32] Gao D.C., Yang, W.Y., Huang, X., Sun Y.O.: Superplastic deformation in a coarse-grained Fe₃Al based alloy, Scripta Mater 2001, 44, 501-505
- [33] Deevi, S.C., Sikka, V.K.: Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications, Intermetallics 4, 1996, 357-375
- [34] Jareš, V.: Základní zkoušky kovů a jejich teorie, Academia, Praha 1966
- [35] Vodsed'álek, J., Vystyd, M., Pech, R.: Vlastnosti a použití žárovevných ocelí a slitin, SNTL, 1963
- [36] Hakl, J., Vlasák, T., Kratochvíl, P.: Některé poznatky o žárovevných vlastnostech intermetalické slitiny typu Fe₂₈Al₃Cr_{0,02}Ce. , In METAL 2001 15. - 17. 5. 2001, Ostrava, Czech Republic, Paper No. 79,
- [37] Jandoš, F., Říman, R. Gemperle, A.: Využití moderních laboratorních metod v metalografii, SNTL, Praha, 1985
- [38] Karlík, M., Cieslar, M., : Precipitation in the Fe-28Al-4Cr intermetallic alloy with Ce addition, Mater. Sci.Eng. A324, 2002, 5-10
- [39] Hotař, A., Kratochvíl, P.: Vlastnosti a struktura plechů z aluminidu Fe₂₈Al₄Cr po válcování za horka, Kovové materiály, 40, 2002, č. 1, 45-52
- [40] Park, J.W.: Anomalous temperature dependence of yield stress in a hyperstoichiometric Fe₃Al intermetallic compound, Sci. Mat. Vol 41, No 7, 1999, 685-689

- [41]] George, E.P., Baker, I.: A model for the yield strength anomaly of Fe-Al, Philos.Magazine A, 1998, vol. 77, No.3, 737-750
- [42] Edington J.W., Melton, K.N., Cutler, C.P.: Superplasticity, Prog. Mater. Sci. 1976, 21,61
- [43] Shan, A., Lin, D.: On phenomenon of superplasticity in Fe₃Al with large grains, Mat Res. Soc. Symp. Proc. 1995, 364, 115-119
- [44] Málek,P., Kratochvíl, P., Pešička, J., Hanus, P., Šedivá I. : The nature of high temperature deformation of the Fe₃₀Al₄Cr iron aluminide modified by TiB₂, Intermetallics 10, 2002,
- [45] Harvey, P.D. editor, :Engineering properties of steel, American society for metals, Ohio,
- [46] Nazmy, M.Y.: Creep, in Physical Metallurgy and processing of Intermetallic Compounds, eds. Stoloff N.S., Sikka V. K., 1994, 95-123
- [47] Hanus, P., Kratochvíl P. : soukromé sdělení